



**Titre:** Fabrication et caractérisation de cristaux photoniques pour  
exaltation de fluorescence

**Auteur:** Annabelle Gascon  
Author:

**Date:** 2010

**Type:** Mémoire ou thèse / Dissertation or Thesis

**Référence:** Gascon, A. (2010). Fabrication et caractérisation de cristaux photoniques pour  
exaltation de fluorescence [Mémoire de maîtrise, École Polytechnique de  
Montréal]. PolyPublie. <https://publications.polymtl.ca/467/>

 **Document en libre accès dans PolyPublie**  
Open Access document in PolyPublie

**URL de PolyPublie:** <https://publications.polymtl.ca/467/>  
PolyPublie URL:

**Directeurs de  
recherche:** Yves-Alain Peter  
Advisors:

**Programme:** Génie physique  
Program:

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

FABRICATION ET CARACTÉRISATION DE CRISTAUX PHOTONIQUES  
POUR EXALTATION DE FLUORESCENCE

ANNABELLE GASCON

DÉPARTEMENT DE GÉNIE PHYSIQUE  
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

MÉMOIRE PRÉSENTÉ EN VUE DE L'OBTENTION  
DU DIPLÔME DE MAÎTRISE ÈS SCIENCES APPLIQUÉES

(GÉNIE PHYSIQUE)

DÉCEMBRE 2010

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

Ce mémoire intitulé:

FABRICATION ET CARACTÉRISATION DE CRISTAUX PHOTONIQUES POUR  
EXALTATION DE FLUORESCENCE

présenté par : GASCON Annabelle

en vue de l'obtention du diplôme de : Maîtrise ès sciences appliquées

a été dûment accepté par le jury d'examen constitué de :

Mme LACROIX Suzanne, D.Sc., présidente.

M. PETER Yves-Alain, Dr.Sc., membre et directeur de recherche.

M. JUNCKER David, Ph.D., membre.

## REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier mon professeur Yves-Alain Peter pour son encadrement permanent et pour m'avoir fait découvrir le monde de la recherche et de la microfabrication. Je remercie toute l'équipe du projet des cristaux photoniques pour leur important apport au projet. Merci à Alireza H. Mesgar pour son travail sur plusieurs aspects du projet et pour les nombreuses heures passées en salle blanche pour fournir les meilleurs échantillons possibles. Merci à Pierre Pottier pour ses réponses à mes mille questions sur les cristaux photoniques. Merci à Lina Shi, Benyounes Bouabdallaoui, Anil Suresh Kumar et tous les autres collaborateurs pour avoir apporté leur expertise à ce projet.

J'aimerais aussi remercier l'ensemble du Laboratoire des Micro et Nano Systèmes pour ses encouragements et son soutien tout au long de ma maîtrise. Merci au personnel du Laboratoire de Microfabrication pour les nombreux enseignements et pour leur aide constante. Merci aussi au personnel du laboratoire Nanotools de McGill pour m'avoir permis d'utiliser leur équipement et pour leur aide apportée à la gravure des cristaux photoniques.

Merci aussi au Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada pour son soutien financier au projet et à ma maîtrise.

Je voudrais remercier mes parents qui m'ont permis de me rendre jusqu'ici dans mes études et qui m'ont appuyé pendant toutes ces années. Merci finalement à Thibaut qui s'est plongé malgré lui dans l'univers des cristaux photoniques et de la microfabrication et qui m'a soutenue lors de la rédaction de ce mémoire.

## RÉSUMÉ

La société actuelle a un besoin de plus en plus pressant d'analyses moléculaires rapides, peu coûteuses et transportables. Ce besoin motive à concevoir des laboratoires sur puce : ce sont des microsystèmes fabriqués selon les techniques de la microélectronique et qui utilisent les différentes propriétés physiques des molécules pour détecter leur présence dans des échantillons liquides. Pour cela, ces molécules peuvent être attachées à des points quantiques, nanoparticules semi-conductrices à bande de fluorescence étroite. Dans ce projet, nous utilisons un système accordable à deux couches de cristaux photoniques, qui sert de filtre optique variable pour détecter la présence et la longueur d'onde des points quantiques.

Les cristaux photoniques sont des diélectriques dont l'indice de réfraction varie de façon périodique, selon une période proche de la longueur d'onde de la lumière visible. On les nomme cristaux photoniques car ils peuvent posséder une bande interdite photonique, tout comme les cristaux atomiques - arrangements périodiques d'atomes – peuvent posséder une bande interdite électronique. Ils sont photoniques puisque ce sont des photons et non des électrons qui s'y propagent. Ils permettent aussi d'exalter la fluorescence des points quantiques à la longueur d'onde de résonance guidée des cristaux photoniques.

Mes objectifs pour ce projet sont de fabriquer des cristaux photoniques à double couche, de les caractériser, d'y déposer des points quantiques et de mesurer l'exaltation de fluorescence.

Le dispositif fabriqué dans le cadre de ce projet consiste en une gaufre de silicium sur laquelle on dépose une première couche de 200 nm de nitrure de silicium, suivie d'une couche de 200 nm d'oxyde de silicium et d'une autre de 200 nm nitrure de silicium. Une étape de lithographie par faisceaux électroniques permet de définir les cristaux photoniques et les microsystèmes. Les cristaux photoniques fabriqués pour ce projet sont un réseau à maille carrée de trous de 180 nm de diamètre, répartis selon une période de 460 nm et percés dans les deux couches minces de nitrure de silicium. La gravure des deux couches de nitrure de silicium se fait en une seule étape de gravure ionique réactive ou RIE. Ensuite, le silicium sous les cristaux photoniques est gravé par l'arrière par gravure profonde DRIE, jusqu'au nitrure. Finalement, la couche d'oxyde est retirée pour suspendre complètement les deux couches de cristaux photoniques. Le microsystème permet de modifier l'espacement entre les deux cristaux photoniques afin d'ajuster la longueur d'onde de la résonance guidée.

Pour connaître la position spectrale des résonances guidées, un montage optique permet de tracer des spectres de transmission et de réflexion des cristaux photoniques. Une source à supercontinuum illumine un cristal photonique à un angle d'incidence normal, dans les longueurs d'onde de 400 à 800 nm. Un spectromètre à caméra CCD est utilisé pour obtenir des spectres à haute résolution. Différents types de cristaux photoniques à une couche sont analysés de cette façon : on observe des pics de résonances guidées près de 550 nm, 615 et 700 nm.

Finalement, une microgoutte de points quantiques est déposée sur un cristal photonique à une couche. La longueur d'onde d'émission des points quantiques (550 nm) correspond à celle de la résonance guidée des cristaux photoniques. On utilise un microscope à fluorescence hyperspectral qui excite les points quantiques entre 436 et 483 nm, détecte les émissions de plus de 500 nm et trace un spectre en longueur d'onde de la fluorescence. Ce montage permet de mesurer la fluorescence des points quantiques déposés sur et à côté des cristaux photoniques. En pratique, les mesures effectuées ont montré que celle-ci est environ 30 fois plus élevée sur les cristaux photoniques ; cependant, la longueur d'onde de fluorescence ne correspond pas à celle de l'émission des points quantiques ni à celle d'une résonance guidée des cristaux photoniques.

En conclusion, les travaux effectués dans le cadre de ce projet de maîtrise montrent qu'il est possible de fabriquer des cristaux photoniques à double couche dans du nitrure de silicium et de tracer leurs spectres de transmission et de réflexion, pour trouver la position des résonances guidées. Une exaltation de fluorescence est visible, mais à une longueur d'onde différente de celle des points quantiques, phénomène qui reste à expliquer.

## ABSTRACT

In today's world, there is a pressing need for point-of-care molecular analysis that is fast, inexpensive and transportable. Lab-on-a-chips are designed to fulfill that need. They are micro-electromechanical systems (MEMS), fabricated with microelectronic techniques, that use the analytes physical properties to detect their presence in liquid samples. This detection can be performed by attaching the analyte to quantum dots. These quantum dots are semiconducting nanoparticles with narrow fluorescence band. In our project, we use a tuneable system with a two-slab photonic crystal that serves as a tuneable optical filter, detecting the presence and wavelength of these quantum dots.

Photonic crystals are dielectrics with a variable refractive index, with a period near the visible light wavelength. They are called photonic crystals because they have a photonic band gap just as atomic crystals, periodic structure of atoms, have an electronic band gap. They are photonic because photons instead of electrons propagate through them. They can also enhance fluorescence from quantum dots at the photonic crystals guided resonance wavelength.

My project objectives are to:

- Fabricate two-slab photonic crystal,
- Characterize photonic crystals,
- Place quantum dots on photonic crystals,
- Measure fluorescence enhancement.

The device made during this project consists of a silicon wafer on which were deposited a 200 nm silicon nitride layer, then a 200 nm silicon dioxide layer and finally another 200 nm silicon nitride layer. An electron-beam lithography defines the photonic crystals and the MEMS. The photonic crystals are square lattices of holes 180 nm in diameter, at a period of 460 nm, etched through the two silicon nitride slabs. The two slabs are etched in a single step of Reactive Ion Etching (RIE). Then, the silicon under the photonic crystal is etched from the backside up to the nitride by deep-RIE. Finally, the oxide layer is removed in order to completely suspend the two-slab photonic crystal. The MEMS can change the gap between the two slabs in order to tune the guided resonance wavelength.

An optical set-up is used to trace the photonic crystals transmission and reflection spectrum, in order to know the guided resonance position. A supercontinuum source illuminates the device at a normal incidence angle for wavelength between 400 nm and 800 nm. High-resolution spectra are obtained with a CCD camera spectrometer. Different types of one-slab photonic crystals are analyzed with this approach: we observe guided resonance peaks near 550 nm, 615 nm and 700 nm.

Finally, a quantum dots microdrop is placed on the photonic crystal. The quantum dots emission wavelength matches with the photonic crystal guided resonance. A hyperspectral fluorescence microscope excites quantum dots between 436 nm and 483 nm, detects emission greater than 500 nm and plots a fluorescence wavelength spectrum. This set-up measures and compares the fluorescence of the quantum dots placed on and next to the photonic crystals. Our results show that the fluorescence is 30 times higher on the photonic crystals, but the fluorescence wavelength corresponds neither to the quantum dots emission nor to the photonic crystal guided resonance.

In conclusion, this master thesis project demonstrates that it is possible to fabricate two-slab photonic crystals in silicon nitride and to plot their transmission and reflection spectra in order to find their guided resonance position. A fluorescence enhancement is visible, but at a different wavelength than of the quantum dots.



## TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS .....	III
RÉSUMÉ.....	IV
ABSTRACT .....	VI
TABLE DES MATIÈRES .....	VIII
LISTE DES TABLEAUX.....	XI
LISTE DES FIGURES.....	XII
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS .....	XV
LISTE DES ANNEXES.....	XVII
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE 1    REVUE DE LITTÉRATURE .....	3
1.1    Les premiers cristaux photoniques .....	3
1.2    Cristaux photoniques 2D à incidence normale.....	3
1.3    Cristaux photoniques à double couche.....	4
1.4    Exaltation de fluorescence .....	5
1.5    Biosenseurs.....	5
CHAPITRE 2    LES CRISTAUX PHOTONIQUES.....	7
2.1    Théorie des cristaux photoniques .....	7
2.1.1    Équations de Maxwell et équation aux valeurs propres .....	7
2.1.2    Symétries et cristaux photoniques à une dimension.....	8
2.1.3    Bande interdite photonique .....	9
2.1.4    Cristaux photoniques à deux dimensions .....	9
2.1.5    Cristaux photoniques à double couche.....	11
2.2    Présentation du dispositif .....	12

2.2.1	Schéma .....	12
2.2.2	Principe de fonctionnement.....	14
2.3	Résumé .....	15
CHAPITRE 3 LA MICROFABRICATION.....		16
3.1	La fabrication des cristaux photoniques accordables .....	16
3.2	La gravure ionique réactive (RIE).....	19
3.2.1	Description .....	20
3.2.2	Avec masque de résine .....	21
3.2.3	Avec masque de chrome .....	23
3.3	Conclusion.....	25
CHAPITRE 4 CARACTÉRISATION DES CRISTAUX PHOTONIQUES .....		26
4.1	Description du montage .....	26
4.1.1	Source à supercontinuum .....	26
4.1.2	Spectromètre.....	27
4.1.3	Illumination de l'échantillon .....	28
4.1.4	Réflexion, transmission et normalisation .....	29
4.2	Résultats .....	30
4.2.1	Cristaux photoniques avec substrat de silicium .....	30
4.2.2	Cristaux photoniques avec une deuxième couche de nitrure de silicium.....	31
4.2.3	Cristaux photoniques suspendus .....	34
4.2.4	Mesure en angle .....	35
4.3	Conclusion.....	38
CHAPITRE 5 EXALTATION DE FLUORESCENCE .....		39
5.1	Les points quantiques et l'exaltation de fluorescence.....	39

5.2	Expérimentation .....	41
5.2.1	Dépôt des points quantiques.....	41
5.2.2	Résultats .....	42
5.3	Conclusion.....	44
CONCLUSION .....		45
BIBLIOGRAPHIE .....		46
ANNEXES .....		49

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 4.1: Comparaison des positions des pics et des creux du spectre en réflexion, entre les mesures expérimentales et les simulations.....	34
--	----

## LISTE DES FIGURES

Figure 1-1 Cristal photonique à deux dimensions. Gauche : à incidence parallèle. Droite : à incidence normale. La flèche montre la direction de l'onde incidente .....	4
Figure 2-1 Structure de bande $\omega(k)$ . Les lignes en pointillés représentent le cône de lumière. Gauche : Système uniforme. Centre : Repliement au bord de la zone de Brillouin. Droite : Cristal photonique à une dimension, en gris : bandes interdites photoniques.....	9
Figure 2-2 Gauche : Cristal photonique à deux dimensions. Droite : Réseau réciproque et zone de Brillouin .....	10
Figure 2-3 Simulation du coefficient de réflexion en intensité d'une couche de cristal photonique suspendue en SiN (simulation effectuée par Lina Shi par la méthode FDTD (Finite Difference Time Domain)).....	11
Figure 2-4 Simulations d'une double couche de cristaux photoniques. Gauche : Transmission en fonction de la fréquence pour différents espaces entre les CPhs. Droite : Énergie en fonction de $z$ . Les deux bandes jaunes représentent les CPhs, où $r$ est le rayon des trous, $a$ la période, $g$ l'espacement entre les deux couches ( <i>gap</i> ) et $t$ l'épaisseur de chaque couche. Les couleurs rouges et vertes représentent les énergies des champs électrique et magnétique et bleu l'énergie totale. (tiré de (Shi, Pottier, Skorobogatiy, & Peter, 2009)).....	12
Figure 2-5 Schéma du dispositif de cristaux photoniques accordables. En gris : silicium, en bleu : nitrure de silicium, en orange : oxyde de silicium, en jaune : or. Les flèches indiquent la position des électrodes. ....	13
Figure 2-6 Simulation électro-mécanique par Coventor de l'actionneur vertical du système de cristaux photoniques, gracieuseté d'Alireza H. Mesgar.....	13
Figure 3-1 Les étapes de microfabrication des cristaux photoniques accordables .....	18
Figure 3-2 Image prise au microscope électronique à balayage d'un cristal photonique avec actionneur MEMS et contact électrique, gracieuseté de Alireza Hajhosseini-Mesgar. ....	19
Figure 3-3 Cristaux photoniques après gravure de 600 nm avec masque de résine. a) Vue du bord du cristal photonique et d'un bras de l'actionneur. b) Vue rapproché du cristal photonique..	23

Figure 3-4 Procédé de gravure des cristaux photoniques avec un masque de chrome .....	24
Figure 3-5 a) Effet de la gravure isotrope du chrome. b) Cristal photonique après RIE avec masque de chrome .....	25
Figure 3-6 a) Effet de la porosité du chrome. b) Trous bouchés dans un cristal photonique suite à l'utilisation d'un masque de chrome. ....	25
Figure 4-1 Schéma du montage de caractérisation optique des cristaux photoniques .....	27
Figure 4-2 Schéma d'un réseau de diffraction .....	28
Figure 4-3 Circuit imprimé et support à échantillon .....	29
Figure 4-4 Différents types de cristaux photoniques à une couche. Gauche : avec un substrat de silicium. Au centre : avec une deuxième couche de nitrure. À droite : CPhs complètement suspendus. ....	30
Figure 4-5 Comparaison entre un cristal photonique libéré (CPh7) et un non libéré (CPh10), échantillon 22-1-b7x1. En haut à gauche, la flèche indique la direction de l'onde incidente par rapport au cristal photonique.....	31
Figure 4-6 Comparaison entre trois polarisations différentes pour une mesure en transmission, CPh du centre échantillon 22-1-b9x4.....	32
Figure 4-7 Réflexion et transmission avec une polarisation de 90°, CPh du centre échantillon 22-1-b9x4 .....	32
Figure 4-8 Comparaison entre les mesures expérimentales et les simulations FDTD (gracieuseté de Alireza H. Mesgar). ....	33
Figure 4-9 Comparaison entre les simulations et les mesures expérimentales en ajoutant un décalage de 87 nm et en normalisant l'intensité. ....	34
Figure 4-10 Spectre en transmission et en réflexion d'un cristal photonique suspendu, CPh de gauche échantillon 22-1-b9x2, polarisation 0° .....	35
Figure 4-11 Définition de l'angle $\theta$ .....	36
Figure 4-12 Mesure expérimentale de la structure de bande d'un cristal photonique à une couche avec substrat de silicium (sans mems) mesuré en réflexion.....	36

Figure 4-13 Mesures en angle en réflexion pour cristal photonique suspendu avec polarisation horizontale.....	37
Figure 4-14 Mesures en angle en transmission pour un cristal photonique suspendu avec polarisation horizontale. ....	38
Figure 5-1 Absorption des points quantiques InP/ZnS en fonction de la longueur d'onde .....	40
Figure 5-2 Émission des points quantiques InP/ZnS en fonction de la longueur d'onde .....	40
Figure 5-3 Image prise avec un microscope à fluorescence hyperspectral. Échelle de noir à rouge : intensité de la fluorescence .....	43
Figure 5-4 Gauche : image en fluorescence. Échelle de noir et blanc : intensité de fluorescence. En orange : pixels correspondant à 90 % à la courbe centrée à 700 nm. En vert : pixels correspondant à 90% à la courbe centrée à 550 nm (agglomérat de points quantiques). Droite : spectres utilisés pour colorer les images. ....	43

## LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

Ar	Argon
CCD	Caméra de type <i>charge couple device</i>
CdSe/ZnS	Points quantiques de type cœur/coquille de sélénure de cadmium/sulfure de zinc
CF <sub>4</sub>	Tétrafluorométhane
CHF <sub>3</sub>	Trifluorométhane (gaz utilisé lors de la RIE)
CPD	<i>Critical Point Dryer</i> , séchage supercritique
CPh	Cristal photonique
DRIE	<i>Deep Reactive Ion Etching</i> , gravure ionique réactive profonde
FDTD	<i>Finite-Difference Time-Domain method</i> , méthode de calcul de différences finies dans le domaine temporel
FIB	<i>Focus Ion Beam</i> , Faisceau d'ions focalisés
HF	Acide fluorhydrique
InP/ZnS	Points quantiques de type cœur/coquille de phosphore d'indium/sulfure de zinc
INRS	Institut National de Recherche Scientifique
LMF	Laboratoire de MicroFabrication situé à l'École Polytechnique
LOR5A	Résine non photosensible utilisé comme couche sacrificielle dans un procédé de <i>lift-off</i>
LPCVD	Dépôt chimique en phase vapeur à pression sous-atmosphérique
MEB	Microscope électronique à balayage
MEMS	<i>Micro Electro Mechanical System</i> , microsystème ou actionneurs
O <sub>2</sub>	Dioxygène
PECVD	Dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma
PMMA	Polyméthacrylate de méthyle
QD	<i>Quantum Dot</i> , point quantique



RIE	<i>Reactive Ion Etching</i> , gravure ionique réactive
S1813	Type de photorésine positive de la marque Shipley d'environ 1,5 $\mu\text{m}$
Si	Silicium (gaufre support fait de silicium monocristallin)
SiN	Nitrure de silicium (matériau des cristaux photoniques)
SiO <sub>2</sub>	Dioxyde de silicium (couche sacrificielle et isolante)
SPR220.7	Type de photorésine positive de la marque Shipley d'environ 20 $\mu\text{m}$
ZEP	ZEP520A, résine pour lithographie par faisceaux d'électrons

## LISTE DES ANNEXES

Annexe 1 – RIE .....	49
Annexe 2 – Procédures .....	50

## INTRODUCTION

La médecine personnalisée entraîne un besoin grandissant d'analyses moléculaires. En effet, il est nécessaire de connaître précisément la nature d'une maladie afin de choisir le bon médicament. Or aujourd'hui, une analyse en laboratoire d'un échantillon sanguin peut prendre plusieurs jours et doit être réalisée dans un laboratoire spécialisé. Face à cela, de nombreux chercheurs et industriels travaillent sur une solution très prometteuse : les laboratoires sur puce. Ce sont des biosenseurs de taille microscopique qui permettent de déplacer, de mesurer et d'analyser de très petites quantités d'un échantillon liquide. Leur petite taille leur permet d'être peu coûteux, facilement transportables et efficaces. À terme, ils pourront remplacer les laboratoires d'analyse afin de permettre un diagnostic rapide juste à côté du patient. Dans cette optique, il s'agit de miniaturiser les équipements d'analyse et d'adapter les techniques de fabrication de la microélectronique.

Ce projet se concentre sur la partie analyse du laboratoire sur puce. Elle est effectuée ici avec des cristaux photoniques et des points quantiques. Les molécules à analyser sont marquées à l'aide de points quantiques, qui sont des marqueurs fluorescents ayant un spectre d'émission étroit. Un système à deux couches de cristaux photoniques accordables sert de filtre optique variable pour mesurer la longueur d'onde d'émission des points quantiques. Les cristaux photoniques permettent aussi d'exalter la fluorescence.

Un cristal photonique (CPh) est un diélectrique dont l'indice de réfraction varie de façon périodique. On le nomme cristal photonique car il peut posséder une bande interdite photonique, tout comme un cristal atomique - arrangement périodique d'atomes – peut posséder une bande interdite électronique. Il est photonique puisque ce sont des photons et non des électrons qui se propagent à travers les cristaux photoniques. La période de variation de l'indice de réfraction est de l'ordre de grandeur de la longueur d'onde de la lumière. Le cristal photonique peut être à une dimension (empilement de couches minces, réseau de Bragg), à deux dimensions (réseau de trous sur une surface) ou à trois dimensions (empilement de couches formées de billes de silices autoassemblées).

Le projet auquel j'ai pris part consiste à concevoir un système de cristaux photoniques accordable pour détecter des points quantiques. Ce projet de grande envergure est supporté par une équipe

complète d'ingénieurs, de chimistes et de physiciens. Les points quantiques sont fabriqués par la professeure Jay Nadeau et par Anil Suresh Kumar de l'Université McGill. La fonctionnalisation des surfaces pour immobiliser les points quantiques a été réalisée par Benyounes Bouabdallaoui en collaboration avec le professeur Olivier Guenat du laboratoire des biomicrosystèmes de l'École Polytechnique. Pierre Pottier a travaillé à la conception et Lina Shi à la simulation des cristaux photoniques. Alireza H. Mesgar a conçu et fabriqué les microsystèmes. Jayan Ozhikandathil a conçu le montage de caractérisation optique. Pour ma part, j'ai travaillé à la fabrication des cristaux photoniques et à leur caractérisation optique. Le professeur Yves-Alain Peter a coordonné et dirigé l'ensemble de ce projet.

Mes objectifs pour ce projet sont de :

- Fabriquer des cristaux photoniques à double couche,
- Caractériser optiquement les cristaux photoniques,
- Déposer des points quantiques sur les cristaux photoniques,
- Mesurer l'exaltation de fluorescence.

Après un passage en revue de la littérature sur les cristaux photoniques au premier chapitre, ce mémoire présente au second chapitre la théorie des cristaux photoniques et une description détaillée du dispositif. Au troisième chapitre, nous voyons les étapes de microfabrication d'un tel dispositif et une explication détaillée de la gravure des cristaux photoniques. Le chapitre suivant décrit le montage de caractérisation optique et les résultats obtenus. Le dernier chapitre traite de l'exaltation de fluorescence et des mesures réalisées. Enfin, une conclusion résume les différents résultats obtenus et les développements futurs.

## CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE

Cette revue de littérature est séparée en cinq sections : les premiers cristaux photoniques développés, les cristaux photoniques à deux dimensions à lumière incidente normale au plan, les doubles couches de cristaux photoniques, l'exaltation de fluorescence due à des cristaux photoniques et les biosenseurs.

### 1.1 Les premiers cristaux photoniques

Les premières études portant sur un diélectrique à propriété périodique remontent à 1887 lorsque Lord Rayleigh décrit le comportement des ondes dans un film multicouches pour lequel l'indice de réfraction alterne d'une couche à l'autre (Rayleigh, 1887). Ce type de structure est appelé réseau de Bragg. On peut choisir l'épaisseur des couches pour obtenir une structure parfaitement réfléchissante sur une certaine bande de longueurs d'onde. Celle-ci est appelée bande interdite électromagnétique ou photonique. L'idée d'une bande interdite dans les trois dimensions est explorée en premier par E. Yablonovitch qui étudie une façon d'empêcher l'émission spontanée dans les semi-conducteurs pour augmenter l'efficacité des lasers (Yablonovitch, 1987). Il imagine une structure avec une périodicité spatiale de période égale à la moitié de la longueur d'onde dans les trois dimensions. C'est en 1991 qu'une première structure avec une bande interdite photonique est fabriquée, en perçant des trous dans un diélectrique selon trois angles différents (Yablonovitch, T.J. Gmitter, & Leung., 1991).

Les cristaux photoniques à deux dimensions sont aussi étudiés car ils sont beaucoup plus simples à fabriquer. Ils ont rapidement permis de valider la théorie et les résultats de simulation (Robertson, Arjavalingam, Meade, Brommer, Rappe, & Joannopoulos, 1992). De plus, si une ligne de trous est retirée d'un cristal photonique à deux dimensions, les modes qui sont dans la bande interdite sont guidés le long de cette ligne de défauts. Cette propriété est utilisée pour faire des circuits photoniques (Sharee J. McNab, 2003). À terme, ils pourraient remplacer les circuits électroniques grâce à un transfert d'information plus rapide pour des photons que des électrons.

### 1.2 Cristaux photoniques 2D à incidence normale

Les cristaux photoniques à deux dimensions sont généralement utilisés dans le plan, c'est-à-dire que l'onde incidente est parallèle au plan contenant les axes de symétrie. Dans notre cas c'est le

contraire : l'onde incidente est perpendiculaire au plan, comme indiqué à la Figure 1-1. Tel que mentionné plus haut, les cristaux photoniques à deux dimensions peuvent supporter des modes guidés qui sont confinés dans la couche. Lorsque l'onde est à incidence normale, ils supportent aussi des modes de résonances guidées qui sont aussi confinés dans la couche, mais qui peuvent se coupler aux radiations externes (Fan & Joannopoulos, 2002). Les spectres de transmission et de réflexion de telles structures comportent des pics très fins qui sont ces résonances guidées.

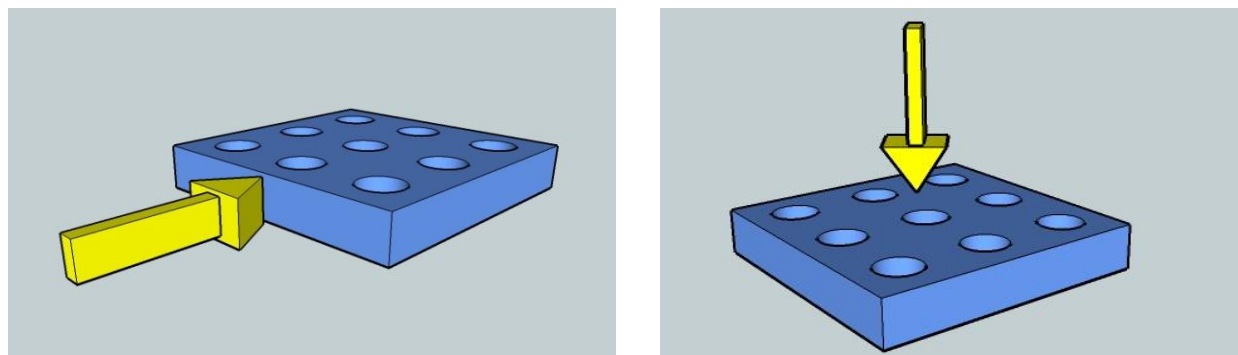


Figure 1-1 Cristal photonique à deux dimensions. Gauche : à incidence parallèle. Droite : à incidence normale. La flèche montre la direction de l'onde incidente

Crozier *et al.* ont mesuré des résonances guidées sur un cristal photonique à deux dimensions suspendu (Crozier, Lousse, Kilic, Kim, Fan, & Solgaard, 2006). On fabrique un tel CPh en gravant complètement le substrat, pour que la couche soit entourée d'air ou en utilisant une couche sacrificielle. Il est aussi possible de changer l'espacement entre le substrat et le CPh afin de modifier la longueur d'onde de résonance (Kanamori, Kitani, & Hane, 2007). Les cristaux photoniques peuvent être conçus pour avoir une large bande de réflectivité, peu dépendante de la polarisation et de l'angle. Jung *et al.* ont utilisé cette propriété pour concevoir un miroir accordable compact et ne nécessitant pas le dépôt de plusieurs couches minces (Jung, Mallick, & Solgaard, 2009).

### 1.3 Cristaux photoniques à double couche

En superposant deux cristaux photoniques identiques à forte réflectivité (voir Figure 2-5), il est possible de concevoir une cavité Fabry-Pérot qui a un pic de transmission très fin. La position de ce pic varie en fonction de l'espacement entre les deux CPhs. Si l'espacement est petit par rapport à la période, l'alignement entre les CPhs permet de lever des dégénérescences et de faire apparaître de nouveaux pics de transmission (Suh, Yanik, Solgaard, & Fan, 2003). C'est quatre

ans après les travaux de ces derniers qu'un système à double couche de cristaux photoniques à une dimension est fabriqué et qu'un pic de transmission étroit est mesuré (Boutami, et al., 2007). Une double couche de cristaux photoniques à deux dimensions a aussi été fabriquée pour le domaine de l'infrarouge (Stomeo, et al., 2010). Finalement, une étude théorique a été réalisée par notre groupe sur un système de deux couches de cristaux photoniques en nitrure de silicium avec un pic de transmission accordable dans le visible (Shi, Pottier, Skorobogatiy, & Peter, 2009). Le pic a une largeur de 4 nm et peut-être accordé sur une plage de 75 nm.

## 1.4 Exaltation de fluorescence

L'intensité du champ électrique est concentrée dans les cristaux photoniques et à leur surface. Cette concentration d'énergie est utilisée afin d'exciter des agents fluorescents ou des points quantiques. Les cristaux photoniques permettent aussi d'augmenter l'énergie de fluorescence détectable, en guidant la lumière émise vers le détecteur. Ce sont ces deux phénomènes qu'on nomme exaltation (ou *enhancement* en anglais) de la fluorescence. Ganesh *et al.* ont mesuré une exaltation de fluorescence d'un facteur 108 entre des points quantiques situés sur et à côté des cristaux photoniques (Ganesh, et al., 2007). Ce même groupe a testé l'effet de l'exaltation lors d'un essai immunologique. En fabriquant un CPh à deux dimensions de la taille d'une lamelle de microscope, ils ont mesuré une amélioration de 20 fois du rapport signal sur bruit par rapport à une lamelle de verre uniforme (Mathias, Ganesh, & Cunningham, 2008). Le groupe d'Estrada *et al.* a obtenu une augmentation de 65 fois l'excitation des fluorophores sur un dispositif semblable (Estrada, et al., 2010).

## 1.5 Biosenseurs

Différents types de cristaux photoniques sont utilisés comme biosenseurs à cause de leur haute sensibilité aux différences d'indices de réfraction. Par exemple, Lee *et al.* utilisent un cristal photonique à deux dimensions ayant une cavité centrale formée par un trou plus petit que les autres trous du cristal photonique (Lee & Fauchet, 2007). Ils ont fonctionnalisé la cavité pour que des protéines spécifiques s'attachent. Lorsqu'elles s'attachent, le pic de résonance transmis est décalé vers le rouge. De la même façon, un guide d'onde formé par une ligne sans trou dans un cristal photonique à deux dimensions permet de détecter l'attachement d'une couche de 2,5 nm de streptavidine (Buswell, Wright, Buriak, Van, & Evoy, 2008). D'autres utilisent les

pores des cristaux photoniques comme des microcanaux : le fluide passe au travers du cristal photonique et la variation de l'indice de réfraction est détectée (Huang, Yanik, Chang, & Altug, 2009). Récemment, un groupe a eu l'idée d'utiliser le changement de polarisation des résonances guidées pour soustraire le bruit. Ils utilisent deux polariseurs perpendiculaires situés avant et après le cristal photonique. Ainsi, la résonance guidée apparaît beaucoup plus clairement (Nazirizadeh, Uwe Bog, Mappes, Lemmer, & Gerken, 2010).



## CHAPITRE 2 LES CRISTAUX PHOTONIQUES

Les cristaux photoniques ont de nombreuses propriétés qui découlent de leur arrangement périodique spécifique. L'interaction entre la lumière et la structure du cristal photonique est régie par les équations de Maxwell. Les symétries de translation et de rotation des cristaux photoniques permettent de définir les modes pouvant s'y propager. Dans ce chapitre, on voit quels sont ces modes permis et quel est l'effet sur les fréquences non permises pour différents types de CPhs. Après cette introduction théorique, le dispositif fabriqué pour ce projet est décrit et son mode de fonctionnement expliqué.

### 2.1 Théorie des cristaux photoniques

Cette section est en partie inspirée du livre *Photonic Crystals : Molding the Flow of Light* (Joannopoulos, Johnson, Winn, & Meade, 2008). Cet ouvrage décrit la théorie des cristaux photoniques à une, deux ou trois dimensions et présente des exemples d'applications.

#### 2.1.1 Équations de Maxwell et équation aux valeurs propres

La propagation de la lumière dans un diélectrique est régie par les équations de Maxwell :

$$\begin{aligned}\nabla \cdot \mathbf{B} &= 0, \\ \nabla \cdot \mathbf{D} &= \rho, \\ \nabla \times \mathbf{E} + \frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} &= \mathbf{0}, \\ \nabla \times \mathbf{H} - \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} &= \mathbf{J}\end{aligned}$$

où  $\mathbf{B}$  est l'induction magnétique,  $\mathbf{D}$  l'induction électrique,  $\rho$  la densité volumique de charge,  $\mathbf{E}$  le champ électrique,  $\mathbf{H}$  le champ magnétique et  $\mathbf{J}$  la densité de courant. Étant donné qu'il n'y a pas de source de lumière dans le milieu,  $\rho=0$  et  $\mathbf{J}=\mathbf{0}$ . De plus, on considère en première approximation que le matériau est linéaire et transparent, ce qui permet d'écrire les champs électriques et magnétiques comme des modes harmoniques :

$$\begin{aligned}\mathbf{H}(\mathbf{r}, t) &= \mathbf{H}(\mathbf{r})e^{-i\omega t} \\ \mathbf{E}(\mathbf{r}, t) &= \mathbf{E}(\mathbf{r})e^{-i\omega t}\end{aligned}$$

Sous ces conditions, on obtient à partir des équations de Maxwell la relation de base utilisée pour trouver les modes dans les cristaux photoniques :

$$\nabla \times \left( \frac{1}{\varepsilon_r(\mathbf{r})} \nabla \times \mathbf{H}(\mathbf{r}) \right) = \left( \frac{\omega}{c} \right)^2 \mathbf{H}(\mathbf{r})$$

Cette relation peut être vue comme une équation aux valeurs propres où l'opérateur  $\hat{\Theta}$  est défini :

$$\hat{\Theta} \mathbf{H}(\mathbf{r}) \equiv \nabla \times \left( \frac{1}{\varepsilon_r(\mathbf{r})} \nabla \times \mathbf{H}(\mathbf{r}) \right)$$

Ainsi, l'équation aux valeurs propres est :

$$\hat{\Theta} \mathbf{H}(\mathbf{r}) = \left( \frac{\omega}{c} \right)^2 \mathbf{H}(\mathbf{r})$$

### 2.1.2 Symétries et cristaux photoniques à une dimension

Les cristaux photoniques ont la particularité d'être périodiques, donc d'avoir des symétries de translation. On peut définir un nouvel opérateur de translation,  $\hat{T}_a$  :

$$\hat{T}_a f(x) = f(x - a)$$

Par exemple, pour un cristal photonique à une dimension ayant  $a\hat{x}$  comme vecteur de maille, la permittivité électrique est périodique :  $\varepsilon(x) = \varepsilon(x - a)$ . Le système étant invariant en translation de  $a$ , cette invariance se transmet au vecteur propre  $\mathbf{H}(x)$ . Ainsi,

$$\hat{T}_a \mathbf{H}(x) = \mathbf{H}(x - a) = \mathbf{H}(x)$$

Une onde plane de type  $e^{-ikx}$  peut être une solution de cette équation à la condition que  $e^{-ika} = 1$  donc  $k = \frac{2\pi}{a}n$ , où  $n$  est entier.  $k$  est la composante du vecteur d'onde,  $n$  le numéro de la bande et  $\frac{2\pi}{a}$  la période du réseau réciproque. En fait, les vecteurs propres associés à ces valeurs propres sont les fonctions de Bloch :

$$\mathbf{H}(x) \propto e^{ika} \mathbf{u}_k(x)$$

avec  $\mathbf{u}_k(x) = \mathbf{u}_k(x - a)$ . La zone où  $k$  est compris entre  $-\frac{\pi}{a}$  et  $\frac{\pi}{a}$  est la zone de Brillouin.

### 2.1.3 Bande interdite photonique

Les solutions exactes des modes dans un cristal photonique peuvent être trouvées par calcul numérique. On les représente dans un graphique  $\omega$  en fonction de  $k$  : c'est la structure de bande. Pour un système uniforme, la relation est  $\omega(k) = ck/\sqrt{\varepsilon}$  (les lignes pleines sur le graphique de gauche de la Figure 2-1). La courbe en pointillés d'équation  $\omega(k) = ck$  représente le cône de lumière, au-dessus duquel des modes radiatifs existent. À la figure du centre, la fonction  $\omega(k) = ck/\sqrt{\varepsilon}$  est repliée au bord de la zone de Brillouin, puisque  $\omega(k) = \omega(k + 2\pi/a)$ . Le schéma de droite montre ce à quoi ressemble la structure de bande d'un cristal photonique à une dimension. On remarque qu'à chaque croisement, c'est-à-dire au bord et au centre de la zone de Brillouin, il y a une levée de dégénérescence : les deux courbes s'écartent. Cet écartement est appelé bande interdite photonique car aucun vecteur d'onde n'est associé à ces fréquences. Plus le contraste est grand entre les indices de réfraction, plus la bande interdite est grande. C'est la présence de ces bandes interdites qui donne toutes les propriétés intéressantes des cristaux photoniques. En effet, ils agissent comme des miroirs parfaits à ces fréquences.

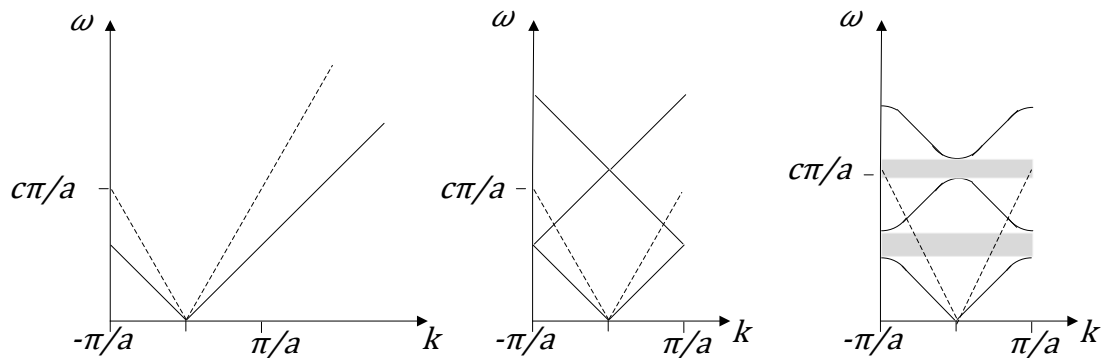


Figure 2-1 Structure de bande  $\omega(k)$ . Les lignes en pointillés représentent le cône de lumière. Gauche : Système uniforme. Centre : Repliement au bord de la zone de Brillouin. Droite : Cristal photonique à une dimension, en gris : bandes interdites photoniques

### 2.1.4 Cristaux photoniques à deux dimensions

Pour un cristal photonique à deux dimensions, il y a une symétrie de translation dans les deux directions  $x$  et  $y$ . Supposons une maille carrée ayant comme vecteurs de maille  $a\hat{x}$  et  $a\hat{y}$ . Les

vecteurs du réseau réciproque sont  $\mathbf{k}_x = \frac{2\pi}{a} \hat{x}$  et  $\mathbf{k}_y = \frac{2\pi}{a} \hat{y}$ . La présence d'autres symétries de rotation permet de réduire la zone de Brillouin au triangle défini entre les coins  $\Gamma$ , M et X tel qu'indiqué sur la Figure 2-2.

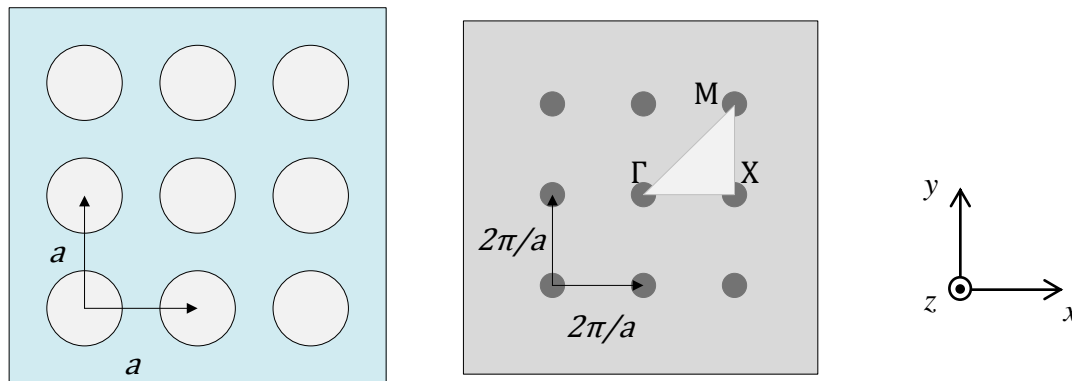


Figure 2-2 Gauche : Cristal photonique à deux dimensions. Droite : Réseau réciproque et zone de Brillouin

Ce type de cristal photonique est souvent utilisé avec un faisceau se propageant dans le plan  $xy$ , mais dans notre projet nous l'utilisons hors plan. Notre faisceau est principalement dans la direction  $z$  avec une certaine ouverture numérique. À la section Mesure en angle du chapitre 4 - Caractérisation des cristaux photoniques, nous évaluons l'effet de l'angle sur le spectre du cristal photonique. Nous avons défini l'angle à  $0^\circ$  lorsque le faisceau est perpendiculaire au cristal photonique (parallèle à  $z$ ) et à  $90^\circ$  lorsque le faisceau est parallèle au plan (parallèle à  $x$ ). Donc la composante parallèle au plan du vecteur d'onde passe de  $\Gamma$  à X. La mesure en angle permet ainsi de tracer la structure de bande du cristal photonique.

Plus précisément, le type de cristal photonique que nous utilisons est suspendu comme dans l'article de Crozier *et al.* (Crozier, Lousse, Kilic, Kim, Fan, & Olav Solgaard, 2006). Il est périodique dans deux directions et mince dans l'autre direction. Il existe des bandes interdites photoniques dans le plan et la couche mince permet de confiner les modes en  $z$  par réflexion totale interne.

Le repliement au bord de la zone de Brillouin, à cause de la périodicité, autorise des modes au-dessus du cône de lumière, où sont présents les modes radiatifs tel que décrit à la Figure 2-1. Les modes du cristal photonique peuvent donc être couplés aux modes radiatifs ; ils peuvent être excités par une illumination externe. Ces modes sont nommés résonances guidées (Fan &

Joannopoulos, 2002). Ils ont une durée de vie finie puisqu'ils sont guidés dans le cristal photonique et couplés avec les modes radiatifs. Sur un spectre en réflexion ou en transmission en fonction de la longueur d'onde, les résonances guidées se traduisent par des pics, comme sur la Figure 2-3. Sur cette figure, on voit la simulation en différence finie dans le domaine du temps d'un cristal photonique à une couche ayant un indice de réfraction de 2,3. Ces pics sont aussi appelés résonance de Fano.

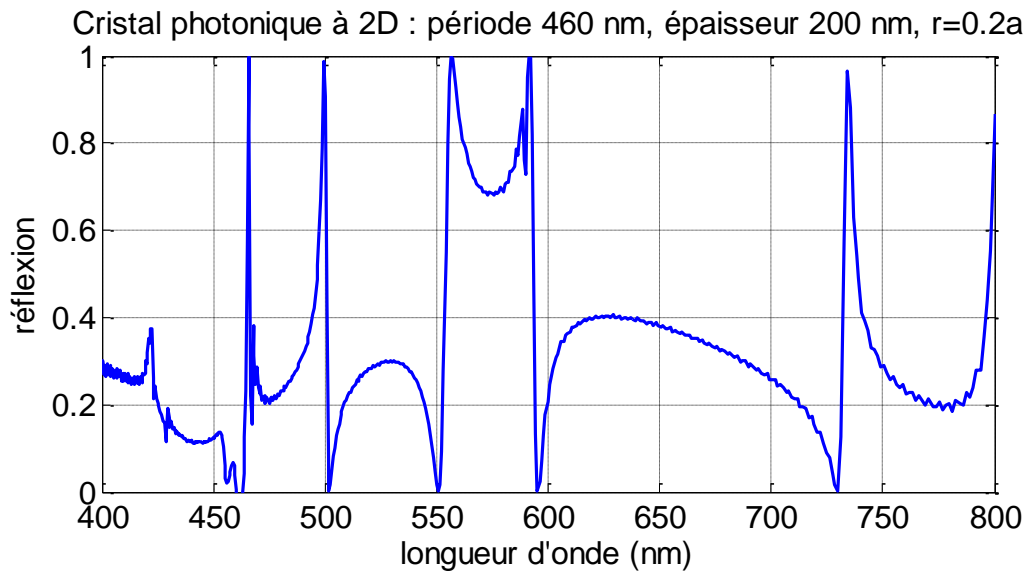


Figure 2-3 Simulation du coefficient de réflexion en intensité d'une couche de cristal photonique suspendue en SiN (simulation effectuée par Lina Shi par la méthode FDTD (Finite Difference Time Domain))

### 2.1.5 Cristaux photoniques à double couche

Lorsque la réflectivité des cristaux photoniques est proche de 100%, ils agissent comme de très bons miroirs. Si deux cristaux photoniques sont superposés, ils forment une cavité de type Fabry-Pérot. Dans ce cas, on choisit des cristaux photoniques qui ont une forte réflectivité. Ce type de système a été étudié dans le cadre de ce projet par la post-doctorante Lina Shi (Shi, Pottier, Skorobogatiy, & Peter, 2009). En calculant la transmission à travers deux couches de cristaux photoniques, elle a montré la présence d'un pic central à haut facteur de qualité. La position de ce pic est fortement sensible à l'espacement entre les deux cristaux photoniques (Figure 2-4 gauche).

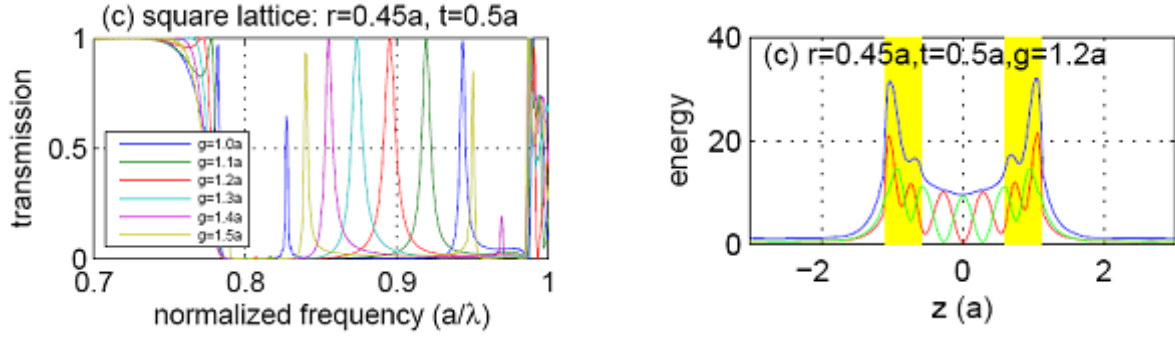


Figure 2-4 Simulations d'une double couche de cristaux photoniques. Gauche : Transmission en fonction de la fréquence pour différents espaces entre les CPhs. Droite : Énergie en fonction de  $z$ . Les deux bandes jaunes représentent les CPhs, où  $r$  est le rayon des trous,  $a$  la période,  $g$  l'espacement entre les deux couches (*gap*) et  $t$  l'épaisseur de chaque couche. Les couleurs rouges et vertes représentent les énergies des champs électrique et magnétique et bleu l'énergie totale. (tiré de (Shi, Pottier, Skorobogatiy, & Peter, 2009))

La différence par rapport à un Fabry-Pérot régulier est que le maximum de l'énergie n'est pas situé au milieu de l'espace entre les CPhs, mais dans la couche des cristaux photoniques (Figure 2-4 droite). Une partie de l'énergie est à la surface externe des cristaux photoniques, ce qui permet un accès facile à cette énergie.

## 2.2 Présentation du dispositif

### 2.2.1 Schéma

Le dispositif conçu dans le cadre du projet est schématisé à la Figure 2-5. Il consiste en deux couches de cristaux photoniques à deux dimensions gravées dans du nitrure de silicium et superposées l'une sur l'autre. La couche supérieure est retenue par des ressorts - les bras de l'actionneur ou MEMS. Le courant électrique est amené sur cet actionneur par une ligne d'or qui entoure le MEMS et qui forment quatre petites électrodes (flèches rouges sur la Figure 2-5). En appliquant une différence de potentiel de quelques dizaines de volts entre ces électrodes et le substrat de silicium, la couche supérieure de cristal photonique se déplace verticalement grâce à la force électrostatique. La forme particulière des ressorts permet de former un actionneur *compliant* qui permet de transférer le déplacement des électrodes à la couche de cristaux

photoniques, pour que cette dernière soit la plus plane possible (voir Figure 2-6). Une couche d'oxyde de silicium entre les deux couches de nitrure permet la séparation des cristaux photoniques lors de l'étape de libération et sert d'isolant électrique.

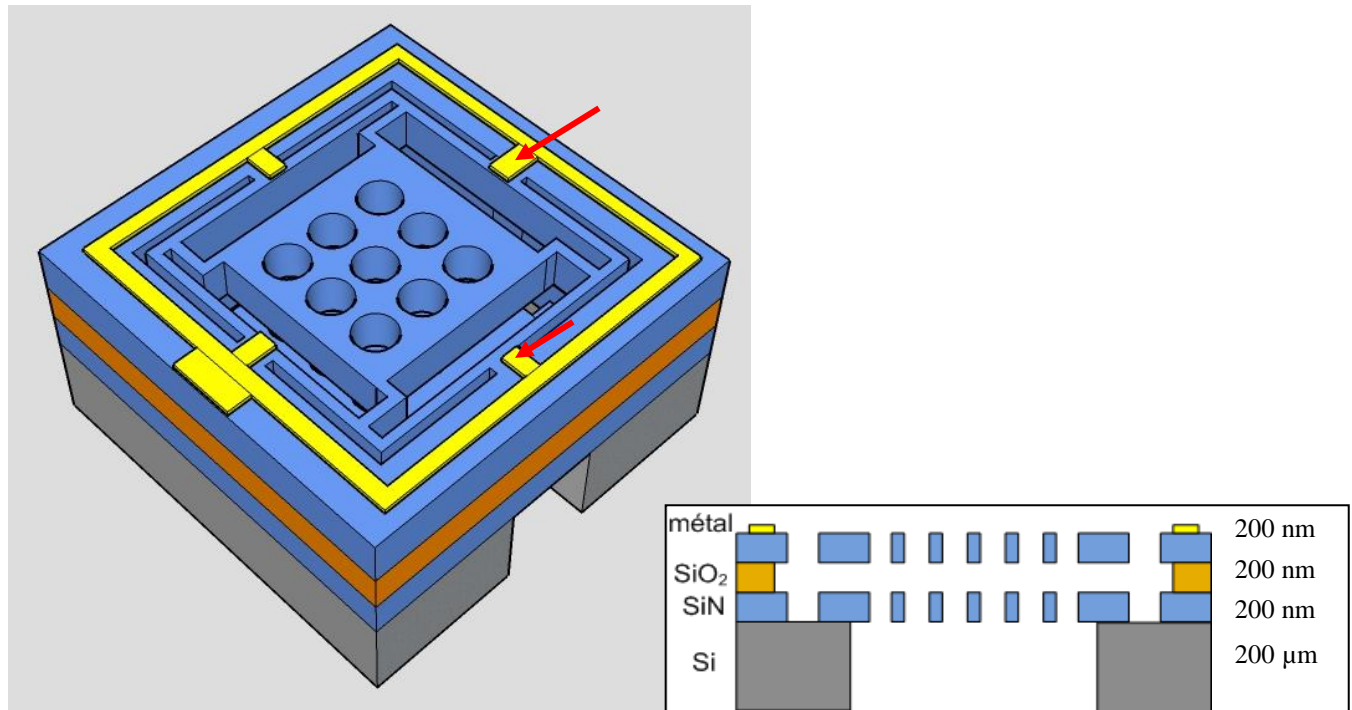


Figure 2-5 Schéma du dispositif de cristaux photoniques accordables. En gris : silicium, en bleu : nitrure de silicium, en orange : oxyde de silicium, en jaune : or. Les flèches indiquent la position des électrodes.

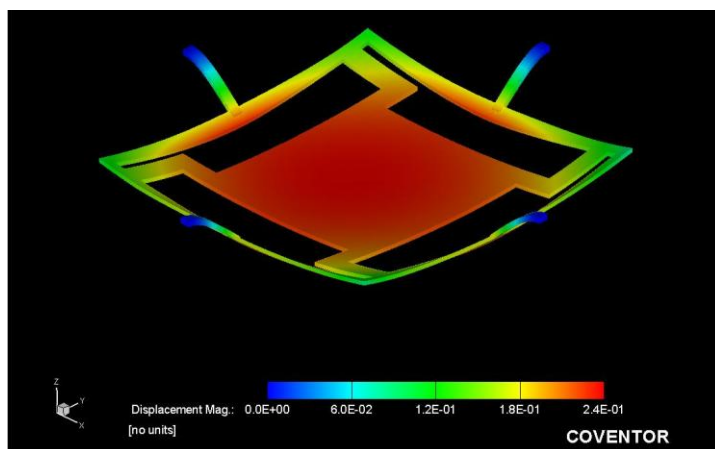


Figure 2-6 Simulation électro-mécanique par Coventor de l'actionneur vertical du système de cristaux photoniques, gracieuseté d'Alireza H. Mesgar.

Le silicium est gravé par en-dessous jusqu'aux cristaux photoniques. Ainsi, ces derniers sont suspendus. Un petit canal gravé à même le silicium permet d'y introduire un liquide.

Les cristaux photoniques ont un maille carrée de période  $a$  de 460 nm et les trous ont un diamètre  $d$  de 180 nm. Ils sont répartis sur une surface de 100  $\mu\text{m}$  par 100  $\mu\text{m}$ . Les bras des ressorts ont une largeur de 5  $\mu\text{m}$ . L'épaisseur de chacune des couches de nitrure et d'oxyde est de 200 nm. Le silicium a une épaisseur de 200  $\mu\text{m}$ . Sur chaque échantillon mesurant 1 cm par 1 cm, il y a dix dispositifs côte à côte.

### 2.2.2 Principe de fonctionnement

L'objectif de ce dispositif est de détecter simultanément plusieurs éléments préalablement conjugués à des points quantiques. Les points quantiques sont des nanoparticules semi-conductrices qui agissent comme des fluorophores, mais qui ont une large bande d'absorption et une étroite bande d'émission. La longueur d'onde d'émission dépend de la taille du point quantique, elle est en général entre 400 et 800 nm. Les points quantiques sont acheminés au cristal photonique par le canal gravé dans le silicium. La lumière émise par les points quantiques est ensuite transmise à travers le cristal photonique. Il y a un maximum de lumière transmise si le pic d'émission du point quantique correspond au pic de transmission du cristal photonique. Puisque ce pic peut être déplacé en changeant l'espacement entre les deux cristaux photoniques, il est possible d'effectuer un balayage en longueur d'onde et de détecter l'intensité transmise en fonction de la longueur d'onde. On s'attend à ce que la longueur d'onde d'intensité maximale corresponde à celle d'émission du point quantique. Le système de cristaux photoniques à double couche agit donc comme un filtre optique. De cette façon, il est possible de détecter plusieurs points quantiques différents.

Enfin, le cristal photonique a aussi la propriété d'exalter la fluorescence. C'est-à-dire que la fluorescence est plus grande pour un point quantique situé sur un cristal photonique que pour un même point quantique situé sur une surface uniforme. Cette propriété sera détaillée dans le chapitre 5 - Exaltation de fluorescence.



## 2.3 Résumé

Les propriétés optiques particulières des cristaux photoniques, qui sont dues à leur périodicité, sont utilisées pour exalter la fluorescence de points quantiques lorsque la longueur d'onde des résonances guidées des cristaux photoniques se superpose à celle de l'émission des points quantiques. Les CPhs fabriqués dans le cadre de ce projet sont des trous de 180 nm de diamètre percés à travers deux membranes de nitrure de silicium, selon une période de 460 nm.

## CHAPITRE 3 LA MICROFABRICATION

Ce chapitre décrit les étapes de fabrication d'une double couche de cristaux photoniques accordables. La première section donne un aperçu du procédé dans son ensemble et la seconde porte sur ma contribution à ce procédé et sur une variante.

### 3.1 La fabrication des cristaux photoniques accordables

La microfabrication se base sur les principes développés par l'industrie microélectronique : substrat de silicium, dépôt de couches minces, photolithographie et gravure. Toutes les étapes du procédé sont décrites dans les paragraphes suivants et sont présentées à la Figure 3-1.

Un substrat de silicium monocristallin de 200 micromètres d'épaisseur est utilisé comme gaufre de support. Trois couches sont déposées successivement : une couche de 200 nm de nitrure de silicium (SiN) à faible contrainte par dépôt chimique en phase vapeur à pression sous-atmosphérique (LPCVD), une couche de 200 nm d'oxyde de silicium (SiO<sub>2</sub>) par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD), et une autre couche identique de SiN. La couche d'oxyde sert à la fois de couche sacrificielle, pour libérer les cristaux photoniques, et d'isolant électrique. Les dépôts ont été effectués par Rogue Valley Microdevices.

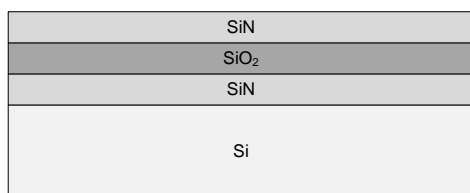
La dimension critique des cristaux photoniques est de l'ordre de 200 nm : il est donc nécessaire d'utiliser des méthodes avancées de lithographie. La lithographie par faisceau d'électrons est idéale dans un cadre de recherche car elle permet une résolution de quelques nanomètres. Ainsi, plutôt que de fabriquer un masque de chrome, un faisceau d'électrons balaie la résine. Ce procédé est donc beaucoup plus long qu'une lithographie standard, mais permet de changer de masque entre chaque échantillon (seul un masque virtuel est nécessaire). La résine que nous avons choisie est la ZEP520A de Zeons chemical : elle est réputée pour avoir une résistance à la gravure par plasma plus grande que la résine communément utilisée, le polyméthacrylate de méthyle ou PMMA. Nous faisons en même temps la lithographie du cristal photonique et des actionneurs (Figure 3-2). La lithographie par faisceau d'électrons nécessite un équipement coûteux qui n'est pas disponible à l'École Polytechnique. Nous avons donc fait appel aux laboratoires de l'INRS à Varennes, de l'Université de Sherbrooke et de l'Université de Toronto. Le développement, c'est-à-dire le retrait de la résine exposée, a aussi été fait dans ces laboratoires.

La première étape de gravure est la gravure ionique réactive ou RIE. Elle a pour but de graver verticalement les deux couches de nitrure jusqu'au silicium et la couche d'oxyde située entre les deux couches de SiN. Cette étape est détaillée dans la section 3.2.

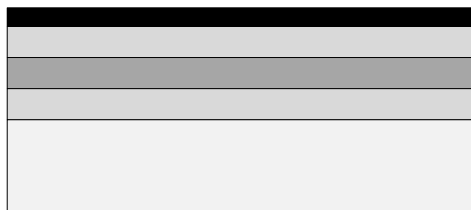
À la suite du nettoyage de la résine, on réalise une nouvelle étape de photolithographie pour faire le dépôt de métal. Cette métallisation sert de contact électrique pour actionner les MEMS. Après le développement, on dépose les métaux à l'aide d'un évaporateur par faisceau d'électrons, disponible au laboratoire de microfabrication de Polytechnique (LMF). Trois couches de métal sont déposées : 10 nm de chrome, 10 nm de platine et 100 nm d'or. On retire ensuite la résine pour laisser du métal seulement là où la résine a été exposée. Cette étape est communément appelée *lift-off*. On peut voir le cristal photonique entouré de l'actionneur et du connecteur métallique à la Figure 3-2.

Les cristaux photoniques sont suspendus en gravant à partir de la face arrière le silicium situé en dessous. Une résine épaisse (SPR220.7) est déposée puis on effectue une photolithographie par face arrière, à l'aide d'un alignement par caméra infrarouge pour voir à travers le silicium. Les 200 microns de silicium sont gravés par gravure profonde de type DRIE, lors de laquelle il y a une alternance de passivation et de gravure. La couche d'oxyde est dissoute de façon isotrope dans un bain d'acide fluorhydrique afin de libérer totalement les deux couches de cristaux photoniques. Un séchage supercritique (CPD) est utilisé pour s'assurer que les deux couches ne colleront pas entre elles.

La dernière étape consiste à connecter par soudure, ou *wire bonding*, le métal servant à actionner les MEMS à un circuit imprimé.



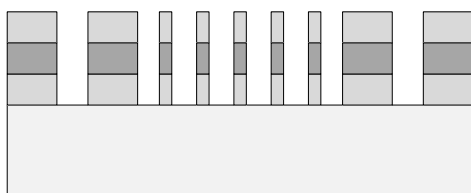
a) Substrat de silicium et dépôt des couches de nitrure et d'oxyde



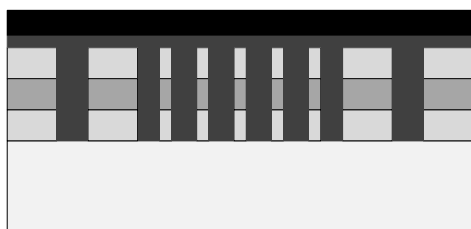
b) Dépôt de résine ZEP



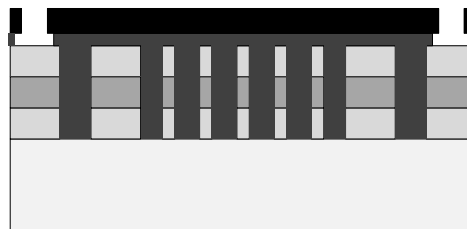
c) Lithographie par faisceau d'électrons des cristaux photoniques et des actionneurs et développement



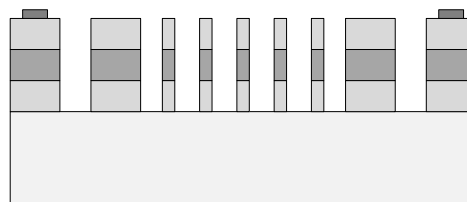
d) Gravure RIE du nitrure et de l'oxyde et nettoyage



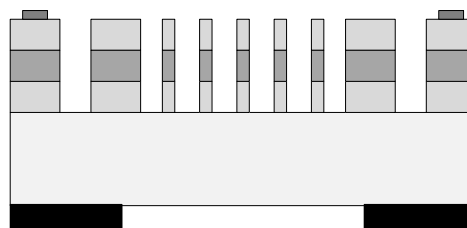
e) Dépôt de résine LOR5A et S1813



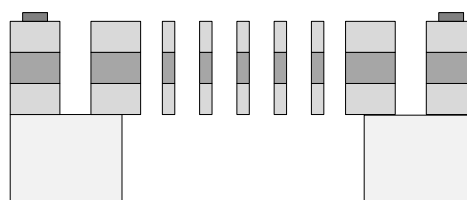
f) Photolithographie et développement



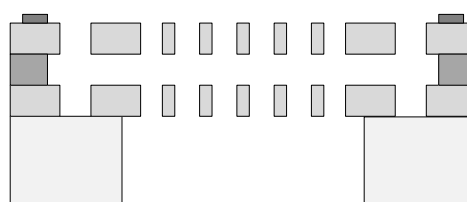
g) Dépôt de métal et *lift-off*



h) Photolithographie par la face arrière



i) DRIE et nettoyage



j) Libération de l'oxyde dans un bain de HF liquide et séchage supercritique

Figure 3-1 Les étapes de microfabrication des cristaux photoniques accordables

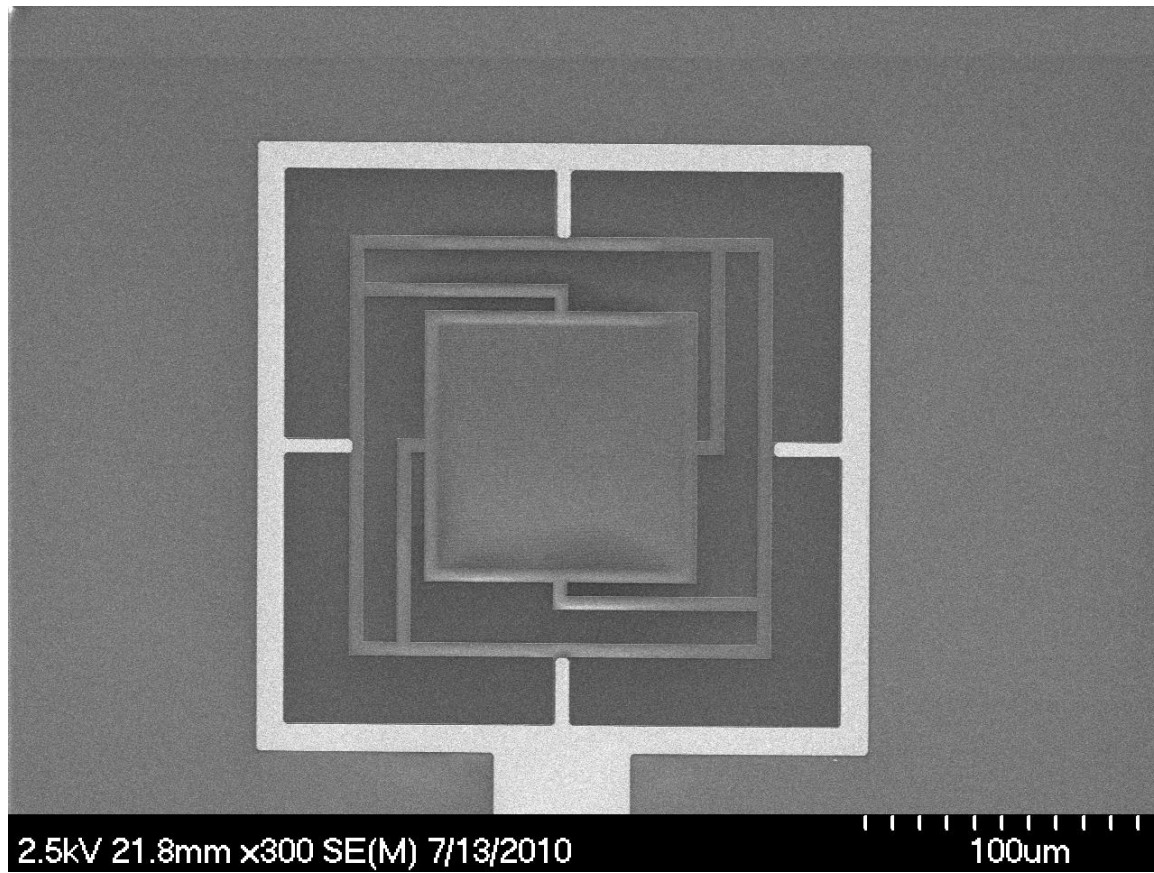


Figure 3-2 Image prise au microscope électronique à balayage d'un cristal photonique avec actionneur MEMS et contact électrique, gracieuseté de Alireza Hajhosseini-Mesgar.

### 3.2 La gravure ionique réactive (RIE)

Tel qu'expliqué au paragraphe précédent, l'objectif de cette étape est de graver les deux couches de cristaux photoniques jusqu'au substrat de silicium le plus verticalement possible et avec des parois les plus lisses possibles. L'épaisseur totale à graver est de 600 nm, soit 200 nm de SiN, 200 nm de SiO<sub>2</sub> et un autre 200 nm de SiN. La résine sert de masque à la gravure, il faut donc qu'elle résiste jusqu'à la fin de la gravure.

Pour les premiers tests, la résine utilisée était du PMMA de 200 nm d'épaisseur. Il fallait donc une sélectivité de plus de 3 entre le taux de gravure combiné nitrure / oxyde et le taux de gravure de la résine. Or, lors des premiers tests, on a obtenu une sélectivité de 1,4 seulement. Plusieurs méthodes ont été envisagées, dont l'utilisation d'une résine plus épaisse et plus résistante, le changement de chimie pour la gravure de l'oxyde et l'ajout d'un masque de chrome. La RIE est

décrite ci-après de façon générale, puis les différentes méthodes utilisées pour améliorer la sélectivité, avec leurs avantages et inconvénients. Le détail des paramètres et des taux de gravure des différents procédés est présenté à l'Annexe 1 - RIE.

### 3.2.1 Description

La gravure ionique réactive, ou *Reactive Ion Etching*, est une méthode de gravure physico-chimique employant des ions énergétiques pour graver la surface d'un échantillon. Elle est généralement plus sélective qu'une méthode purement physique, mais moins qu'une méthode purement chimique (Madou, 2002). Le principe de fonctionnement est décrit dans le livre *Handbook of plasma processing technology* (Rossnagel, J., & Westwood, William Dickson, 1990). Voici un résumé des principales étapes de la réaction :

1. Une décharge luminescente est générée à partir du gaz choisi ( $\text{CF}_4$  pour la gravure du silicium,  $\text{CHF}_3$  pour la gravure du nitrure de silicium...) par des collisions électroniques d'ionisation et de dissociation qui créent des ions, des électrons et des neutrons.
2. Les deux électrodes sont couplées à une fréquence de 13,56 MHz et l'échantillon à graver est placé sur la cathode : il subit un bombardement ionique.
3. Les éléments réactifs (ions fluorures) sont déplacés du plasma vers la surface de l'échantillon par diffusion.
4. Les radicaux sont adsorbés à la surface.
5. Il y a une réaction entre l'espèce adsorbée et les atomes de l'échantillon, puis désorption du produit volatil.
6. Les produits volatils de la réaction doivent ensuite être pompés pour éviter qu'ils reviennent se déposer sur l'échantillon.

Les principaux paramètres à considérer sont les gaz, leurs flux respectifs, la puissance, la pression et le temps de gravure. Les gaz choisis ont pour objectif de réagir plus avec le matériau à graver qu'avec le masque (bonne sélectivité) : leur flux est choisi aussi faible que possible mais assez grand pour que la réaction ait lieu. La puissance permet d'augmenter le bombardement ionique et d'augmenter la verticalité et la vitesse de la gravure, mais une trop forte puissance diminue la sélectivité et peut augmenter la rugosité de surface. La pression doit être suffisamment faible

pour éviter la « re-déposition » des produits volatils, mais assez élevée pour que le plasma soit stable. Quant au temps de gravure, il dépend de l'épaisseur à graver et du taux de gravure obtenu avec les paramètres précédents.

De plus, il existe plusieurs autres paramètres qui sont plus difficilement contrôlables, en particulier l'historique de l'appareil, qui modifie fortement les taux de gravure obtenus et la rugosité de l'échantillon. De même, le taux de gravure diminue avec la profondeur et avec l'étroitesse des motifs à graver. La meilleure procédure pour minimiser ces variations est la suivante :

- nettoyage de la chambre RIE par un plasma d'oxygène,
- introduction d'un échantillon test et établissement du vide,
- validation du taux de gravure avec cet échantillon,
- introduction de l'échantillon à graver et établissement du vide,
- gravure de l'échantillon,
- mesures au profilomètre,
- prolongement de la gravure si nécessaire,
- retrait de la résine.

Selon l'équipement utilisé, une étape de gravure d'une gaufre oxydée peut être ajoutée pour remettre la chambre dans le même état avant chaque gravure.

### **3.2.2 Avec masque de résine**

La gravure avec un masque de résine correspond à celle décrite dans la section 3.1. L'avantage de cette méthode est qu'elle nécessite un nombre d'étapes minimum : dépôt de la résine ZEP, lithographie par faisceau d'électrons, développement de la résine exposée, gravure RIE et nettoyage de la résine. Cependant, la sélectivité de la gravure entre le matériau à graver et la résine est faible. La façon la plus simple de contourner ce problème est de déposer une résine plus épaisse que l'épaisseur à graver. Toutefois, augmenter l'épaisseur de la résine diminue la résolution atteignable. Puisque les trous à graver ont 180 nm de diamètre, il a été établi expérimentalement que l'épaisseur de la ZEP ne doit pas être plus grande que 350 nm.

Le premier procédé, développé à Polytechnique, se base sur le procédé utilisé pour le projet des microcavités optiques en silice. Les gaz utilisés sont le trifluorométhane ( $\text{CHF}_3$ ) et l'oxygène ( $\text{O}_2$ ). Ce procédé est en principe suffisant pour graver une couche de cristaux photoniques, mais pas deux. Selon les taux de gravure disponible à l'annexe 1, l'épaisseur pouvant être gravée avant que toute la résine soit consommée est 474 nm.

Malheureusement, en raison d'une panne de l'appareil, il n'a pas été possible d'atteindre un tel résultat : il a donc été décidé de développer un autre procédé à la salle blanche de l'Université McGill. Celui-ci repose sur un mélange de trifluorométhane ( $\text{CHF}_3$ ), de tétrafluorométhane ( $\text{CF}_4$ ) et d'argon (Ar). Lors des premiers tests, des taux de gravure très variables ont été mesurés (de 50 à 400 nm/min) ; de même, les sélectivités par rapport à la résine variaient de 1,4 à 3. Seul l'ajout d'une étape consistant à graver une gaufre préalablement oxydée a permis de stabiliser ces résultats. Ces derniers sont présentés à l'annexe 1. Finalement, la sélectivité entre le nitrure et la résine est de 1,7, tandis que celle entre l'oxyde et la résine est de 0,9, ce qui permet de graver 400 nm soit une couche de cristaux photoniques.

Il fallait donc augmenter fortement la sélectivité pour permettre de graver deux couches de cristaux photoniques (600 nm). En changeant les paramètres de gravure pour graver la couche d'oxyde, il a été possible d'atteindre une sélectivité de 3,3 entre l'oxyde et la résine. Ceci permet en théorie de graver complètement les deux couches de cristaux photoniques. Cependant, ce résultat n'a jamais été atteint, à cause du fait que le taux de gravure d'oxyde a fortement diminué par la suite. De plus, les gaz utilisés pour cette gravure engendrent un autre problème lors de la gravure avec un masque de chrome (voir la section suivante). À cet effet, le procédé utilisé à l'École Polytechnique a été adapté à l'université McGill. Les gaz sont du  $\text{CHF}_3$  et de l' $\text{O}_2$ , dans un rapport 9 pour 1. La sélectivité globale obtenue est supérieure à 2, ce qui permet de graver deux couches de cristaux photoniques (600 nm) avec une résine ZEP de 350 nm. De plus, il reste une épaisseur suffisante de résine pour que la couche supérieure de nitrure ne soit pas altérée lors de la gravure. Après la gravure, la résine ZEP peut être nettoyée. Cette résine étant très résistante, la méthode utilisée pour l'enlever a lieu en deux étapes : douze minutes d'exposition aux rayons ultraviolets en utilisant un ozoniseur et dix minutes dans un bain de « piranha » (mélange hautement réactif d'acide sulfurique et de peroxyde). L'ozoniseur est utilisé habituellement pour enlever des contaminants organiques, mais il génère aussi des rayons ultraviolets. La Figure 3-3 montre le résultat obtenu.



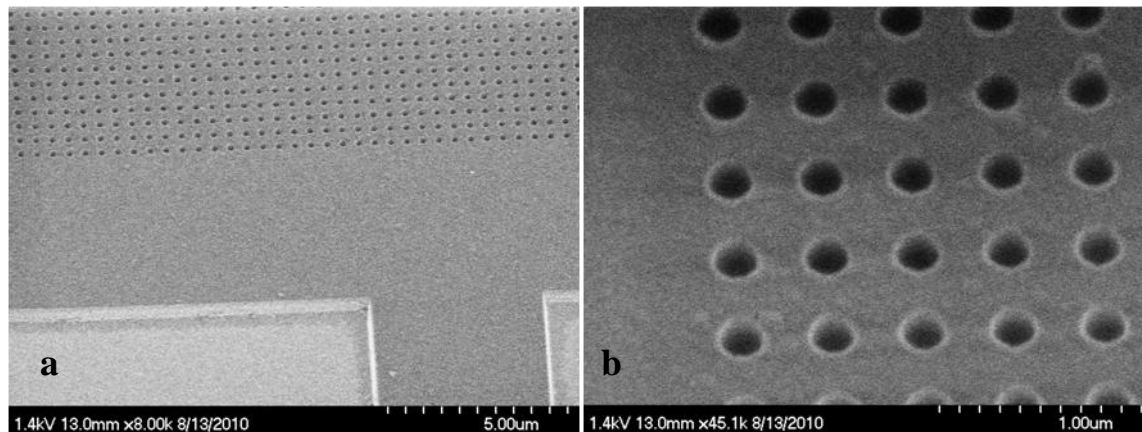


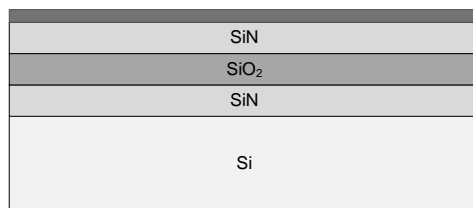
Figure 3-3 Cristaux photoniques après gravure de 600 nm avec masque de résine. a) Vue du bord du cristal photonique et d'un bras de l'actionneur. b) Vue rapproché du cristal photonique

### 3.2.3 Avec masque de chrome

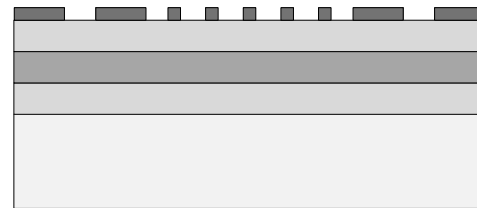
Un masque de chrome ou d'autres métaux est fréquemment utilisé pour graver profondément des cristaux photoniques. Deux méthodes sont possibles : l'utilisation d'un procédé de *lift-off* qui nécessite un masque inversé (Park & Lee, 2009) ou un masque direct (Kanamori, Kitani, & Hane, 2007). Nous avons opté pour un masque direct pour ne pas augmenter le temps nécessaire pour la lithographie par faisceau d'électrons. Le chrome est généralement gravé par voie humide. Ce procédé est très sélectif, simple et rapide d'utilisation, mais il est isotrope et grave aussi sous le masque de résine. La Figure 3-5a illustre l'effet de la gravure isotrope sur les cristaux photoniques. La taille des trous (180 nm) n'est pas suffisante par rapport à l'épaisseur du chrome (50 nm) pour que la sous-gravure ne soit pas négligeable. Ainsi, les trous sont déformés puisque la vitesse de gravure sous la résine n'est pas uniforme.

Pour graver le chrome de façon verticale, il faut utiliser une méthode physique, soit la RIE. Les gaz utilisés sont principalement le chlore et l'oxygène (voir l'annexe 1 - RIE pour les détails du procédé développé à l'Université McGill). La résine ZEP est complètement consommée lors de la gravure du chrome, la gravure des trois couches de nitrure et d'oxyde suit directement, puis le chrome restant est nettoyé avec un *chrome etchant* (Figure 3-4). Le procédé de gravure des trois couches a dû être modifié parce qu'il dénaturait le chrome, qui devenait impossible à enlever à la fin. Le procédé  $\text{CHF}_3/\text{O}_2$  de Polytechnique a été adapté sur l'équipement de l'Université McGill.

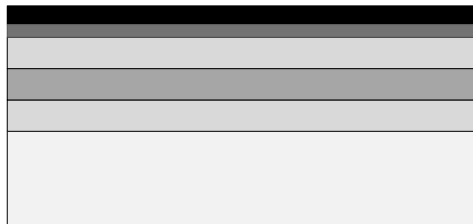
Il a ainsi été possible de graver la double couche de cristaux photoniques jusqu'au silicium (Figure 3-5b).



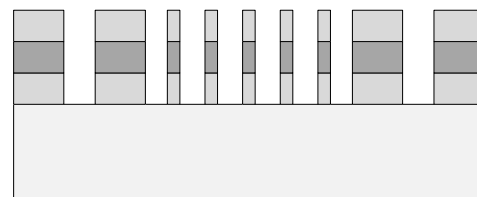
a) Dépôt d'une couche de chrome par évaporation par faisceau d'électrons



c) Gravure RIE du chrome jusqu'à consommation complète de la résine



b) Dépôt de résine ZEP



e) Gravure RIE du nitrure et de l'oxyde et nettoyage du chrome restant



d) Lithographie par faisceau d'électrons des cristaux photoniques et des actionneurs et développement

Figure 3-4 Procédé de gravure des cristaux photoniques avec un masque de chrome

Cependant, le masque de chrome engendre plusieurs nouveaux problèmes encore non résolus : le chrome n'est pas parfaitement uniforme lors du dépôt, d'où une porosité du masque de chrome qui se transfère dans les cristaux photoniques. Aussi, le chrome était probablement plus épais à certains endroits et il n'a pas été complètement gravé, ce qui a eu pour effet de boucher les trous formant les cristaux photoniques. Ces deux problèmes sont illustrés à la Figure 3-6 a et b.

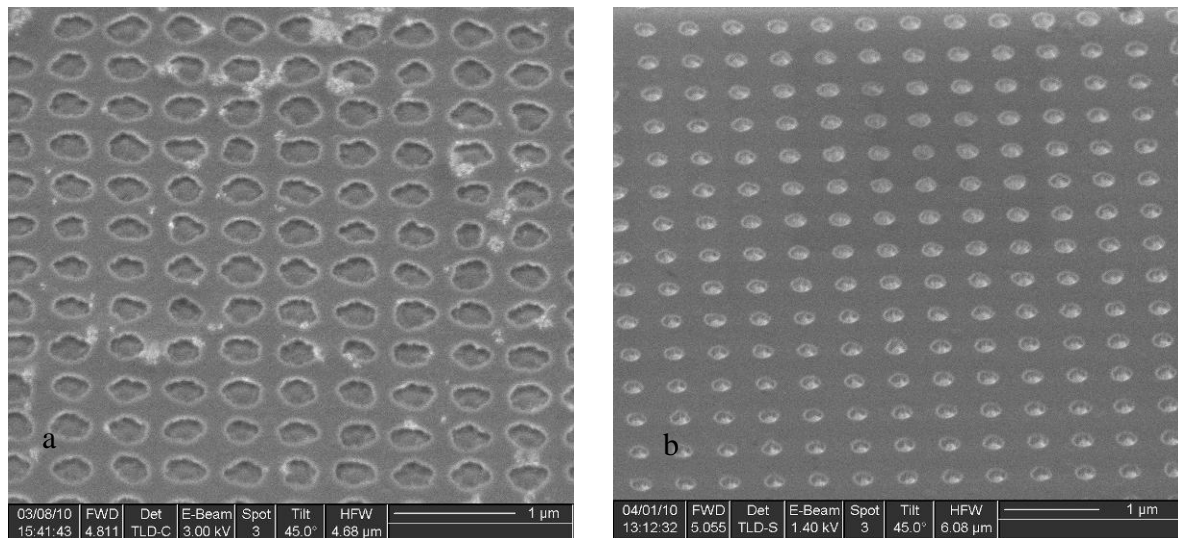


Figure 3-5 a) Effet de la gravure isotrope du chrome. b) Cristal photonique après RIE avec masque de chrome

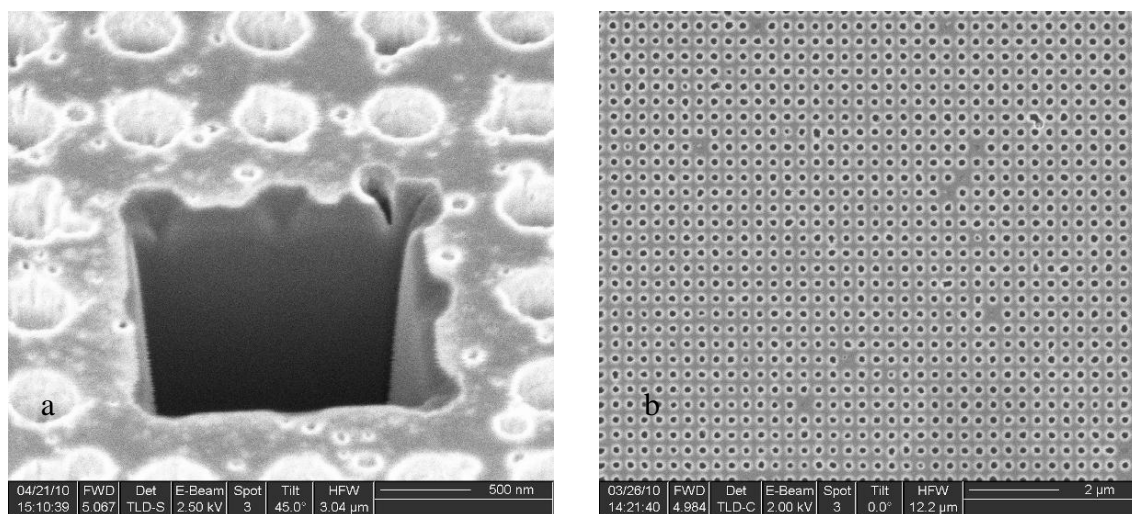


Figure 3-6 a) Effet de la porosité du chrome. b) Trous bouchés dans un cristal photonique suite à l'utilisation d'un masque de chrome.

### 3.3 Conclusion

Les meilleurs résultats de gravure des cristaux photoniques sont obtenus avec une résine ZEP épaisse : avec ce matériau, les trous des cristaux photoniques sont parfaitement ronds, les bords sont droits, aucun défaut majeur n'est visible et la profondeur de 600 nm est atteinte. En revanche, la gravure avec un masque de chrome reste à être améliorée pour obtenir les mêmes résultats.

## CHAPITRE 4 CARACTÉRISATION DES CRISTAUX PHOTONIQUES

Afin de connaître la position des pics de résonances guidées des cristaux photoniques, nous devons étudier leurs spectres en réflexion et en transmission. Ce chapitre décrit le montage optique qui a été élaboré et les résultats obtenus.

### 4.1 Description du montage

L'objectif est d'envoyer une onde incidente sur les cristaux photoniques et de récupérer les faisceaux réfléchis et transmis, puis de mesurer leur spectre en longueur d'onde. La taille du faisceau incident ne doit pas dépasser les bords des CPhs qui ont une largeur de 100  $\mu\text{m}$ . Pour les CPhs fabriqués dans du nitrure de silicium, les longueurs d'ondes intéressantes sont celles du visible, soit l'intervalle 400 - 800 nm. Plusieurs méthodes sont envisageables pour obtenir un tel spectre. La source peut être un laser accordable ou une source large bande. Avec un laser accordable, il suffit d'utiliser un photodétecteur ponctuel. La source large bande peut être combinée à un monochromateur pour agir comme une source accordable. La solution choisie est une source large bande utilisée avec un spectromètre et une caméra CCD. Les avantages de cette méthode sont la haute résolution, de quelques dizaines de picomètres, la flexibilité en termes de plage de longueur d'onde et de résolution, ainsi que le fait qu'il est possible de travailler dans l'espace libre plutôt que d'utiliser des fibres optiques. L'ensemble du montage optique est représenté à la Figure 4-1. Les pièces principales sont décrites dans les sections suivantes. L'annexe 2 présente les procédures d'alignement et de mesures en transmission et en réflexion.

#### 4.1.1 Source à supercontinuum

La source large bande doit être focalisée sur moins de 100  $\mu\text{m}$  et avoir une intensité suffisante entre 400 et 800 nm. Un laser ne répond qu'au premier critère et une source incandescente qu'au second. Une source à supercontinuum répond à ces deux critères. Un laser pulsé est transmis à travers une fibre à cristaux photoniques qui induit de nombreux effets non linéaires. Ceux-ci élargissent la raie laser jusqu'à obtenir un spectre continu. Les autres caractéristiques du laser, telles que la cohérence spatiale et la possibilité de concentrer une forte intensité, ne sont pas perdues pour autant (NKT Photonics, 2009). La source utilisée sur le montage est le modèle SM-20-OEM de Leukos vendu par la compagnie Photon etc. Elle a une puissance moyenne de

60 mW répartie de 400 nm à plus de 1700 nm. À la sortie de la fibre, une lentille de collimation permet d'obtenir un faisceau faiblement divergent de 2 mm de diamètre.

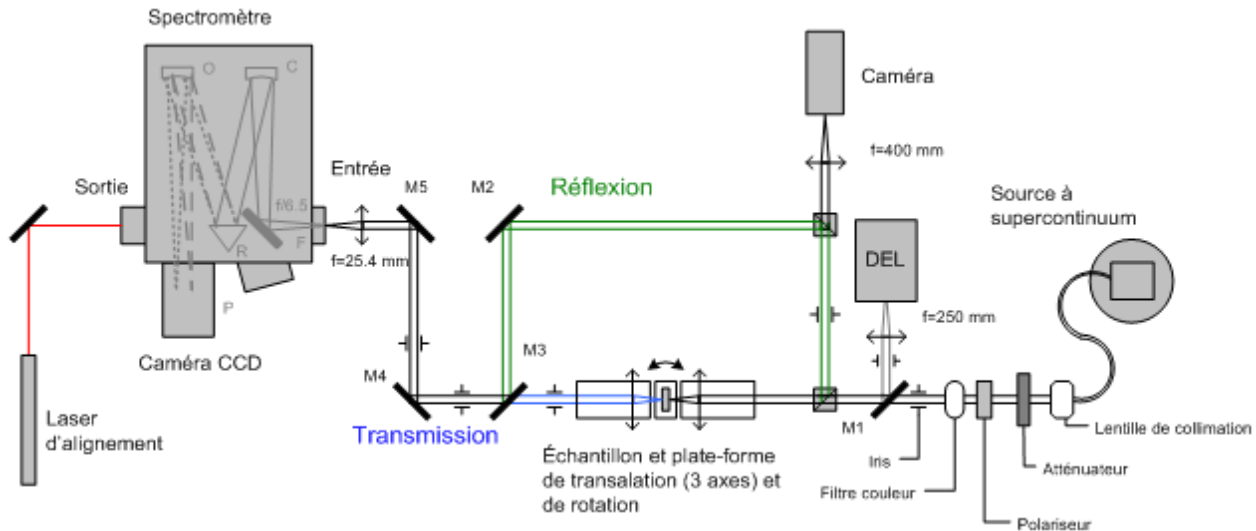


Figure 4-1 Schéma du montage de caractérisation optique des cristaux photoniques

### 4.1.2 Spectromètre

Le spectromètre permet de tracer une courbe de l'intensité en fonction de la longueur d'onde, à l'aide d'un élément diffractif, qui sépare les longueurs d'onde, et d'un détecteur planaire. Le spectromètre utilisé est le SP-2558 de Princeton Instruments vendu par Delta Photonics. Il est de type Czerny-Turner c'est-à-dire que le faisceau est focalisé sur la fente d'entrée (F), collimé par la lentille (C), diffracté par le réseau (R) et focalisé par l'objectif (O) sur une caméra CCD (P) (Bousquet, 1969) (voir schéma superposé sur le spectromètre de la Figure 4-1). C et O sont des miroirs asphériques qui servent de lentilles. R est représenté par un triangle parce que ce type de spectromètre contient trois réseaux de diffraction. La longueur focale, c'est-à-dire la distance F-C-R, est de 500 mm.

Les réseaux de diffraction sont des surfaces gravées de traits parallèles de périodicité  $c$ . La relation entre l'angle du faisceau incident (I) et l'angle du faisceau réfracté (R) est régie par l'équation des réseaux (voir la définition des angles sur la figure suivante):

$$\sin \theta_2 - \sin \theta_1 = \frac{k \lambda}{c}$$

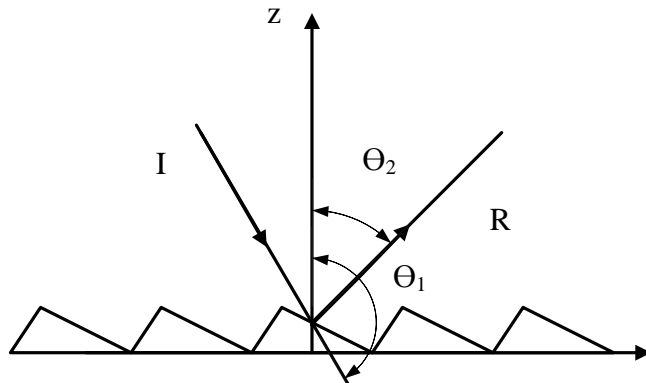


Figure 4-2 Schéma d'un réseau de diffraction

On remarque à partir de cette équation que plus la période  $c$  est petite, plus l'angle  $\Theta_2$  sera grand, donc plus le faisceau sera diffracté. Ceci augmente la résolution du spectromètre, mais diminue l'étendue spectrale. On a choisi trois réseaux ayant 150, 600 et 2400 lignes/mm, pour des résolutions respectives de 570, 140 et 30 pm et des étendues de 234, 57 et 11 nm. Le réseau 150 lignes/mm permet donc de faire un spectre rapide sur l'ensemble des longueurs d'onde du visible et le réseau 2400 lignes/mm permet d'atteindre la meilleure résolution.

### 4.1.3 Illumination de l'échantillon

Afin de connaître la réponse spectrale du cristal photonique, il est important d'illuminer l'échantillon avec un faisceau suffisamment étroit. Pour ce faire, des objectifs de microscope permettent de focaliser le faisceau incident de la source à supercontinuum et de récupérer les faisceaux transmis et réfléchis. Ces objectifs ont été choisis pour leur longue distance de travail (près de 1 cm) et pour leur grand angle (environ  $30^\circ$ ). Le désavantage de focaliser le faisceau est qu'il contient plusieurs angles d'incidence (ce n'est pas une onde plane). Le spectre s'en trouve affecté et diffère des simulations (Crozier, Lousse, Kilic, Kim, Fan, & Solgaard, 2006).

Des positionneurs piézoélectriques sur trois axes permettent de centrer le cristal photonique sur le faisceau. Un bloc de rotation permet de faire des mesures à angle d'incidence variable. Les cristaux photoniques sont montés et connectés à un circuit imprimé, qui est maintenu en place par un porte-échantillon (Figure 4-3).

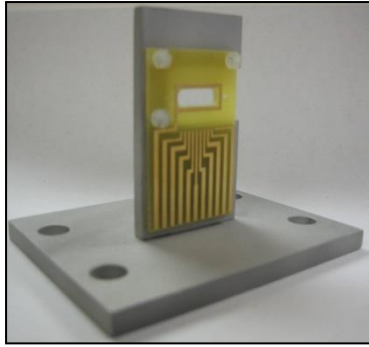


Figure 4-3 Circuit imprimé et support à échantillon

Enfin, une diode électroluminescente blanche est ajoutée afin de voir l'échantillon sur une caméra et ajuster la mise au point du microscope. Cette caméra permet aussi de voir la taille et la position du faisceau de la source à supercontinuum.

#### 4.1.4 Réflexion, transmission et normalisation

Le montage optique est conçu de façon à pouvoir tracer des spectres en réflexion et transmission sans avoir à déplacer l'échantillon ni à refaire l'alignement ; seul le miroir M3 doit être relevé ou abaissé (voir Figure). Les spectres sont normalisés pour être comparés entre eux et aux simulations : l'intensité est donc donnée entre 0 et 1. En transmission, le spectre est simplement divisé par le spectre sans échantillon, c'est-à-dire le spectre de la source convolué à ceux de tous les éléments du montage. En réflexion, le spectre est normalisé à l'aide d'un miroir de référence. Le spectre du miroir a été obtenu par un ellipsomètre du groupe du professeur Ludvik Martinu. Le même miroir de référence est utilisé pour toutes les mesures en réflexion. De plus, les spectres obtenus par le spectromètre ont tous un décalage, ou *offset*, qui peut être enlevé en soustrayant le spectre avec la source éteinte du spectre désiré. La normalisation en réflexion peut être résumée par l'équation ci-dessous :

$$R_{\text{échantillon}} = \frac{r_{\text{échantillon}} - \text{offset}}{r_{\text{miroir}} - \text{offset}} \times R_{\text{miroir}}$$

où  $r$  est le spectre obtenu par le spectromètre (intensité variant de 0 à plus de 60000 u.a.) et  $R$  est le spectre en réflexion normalisé entre 0 et 1. L'intensité de l'*offset* se situe généralement autour de 500 et augmente avec la longueur d'onde. La méthode pour la prise de mesure est détaillée à l'annexe 2.

## 4.2 Résultats

Cette section présente les résultats obtenus avec des cristaux photoniques à une couche de trois types différents, le premier type étant le plus facile à fabriquer. Ils sont tous fabriqués sur des gaufres similaires, mais la différence réside dans le nombre d'étapes de la fabrication. La Figure 4-4 montre ces différents types.

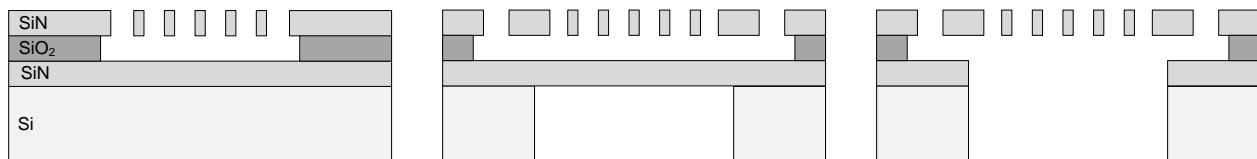


Figure 4-4 Différents types de cristaux photoniques à une couche. Gauche : avec un substrat de silicium. Au centre : avec une deuxième couche de nitrure. À droite : CPhs complètement suspendus.

### 4.2.1 Cristaux photoniques avec substrat de silicium

Les premiers résultats en réflexion correspondent à des échantillons ayant une seule couche de cristaux photoniques, pour lesquels la première couche de SiN est gravée et dont la couche d'oxyde sacrificielle est enlevée. En revanche, le silicium et la deuxième couche de nitrure ne sont pas gravés (Figure 4-4 gauche).

La caractérisation en transmission n'est pas possible pour ces premiers échantillons, car le silicium absorbe la lumière visible. Sur chaque échantillon de 1 cm par 1 cm il y a 10 cristaux photoniques, numérotés de 1 à 10. *A priori* ils sont identiques excepté l'actionneur qui les retient. Ce sont des cristaux photoniques à maille carrée avec une période de 460 nm et un diamètre nominal de 180 nm. En raison de différences lors de la fabrication, ils ne sont plus tous identiques.

La Figure 4-5 montre la différence entre un cristal photonique libéré et un non libéré (ou qui a collé sur le substrat). Pour un CPh libéré des résonances guidées sont clairement visibles : ce sont les pics plus étroits à environ 525 nm, 610 nm et 700 nm. En revanche dans le second cas, on voit seulement les bosses caractéristiques d'un Fabry-Pérot. En effet, l'énergie des modes est absorbée dans la couche de silicium située en-dessous et le phénomène de résonance guidée ne se produit plus.



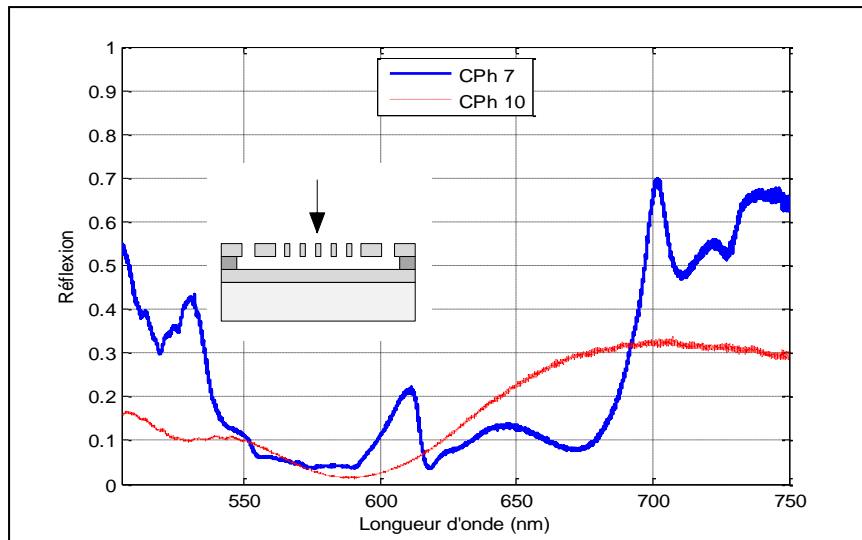


Figure 4-5 Comparaison entre un cristal photonique libéré (CPh7) et un non libéré (CPh10), échantillon 22-1-b7x1. En haut à gauche, la flèche indique la direction de l'onde incidente par rapport au cristal photonique

#### 4.2.2 Cristaux photoniques avec une deuxième couche de nitrure de silicium

Le deuxième type de cristaux photoniques à une couche étudié est celui où le silicium est complètement gravé, contrairement à la deuxième couche de nitrure (Figure 4-4, au centre). Il est maintenant possible de faire des mesures en transmission en plus de celles en réflexion. De plus, un polariseur est ajouté afin de contrôler la polarisation de l'onde incidente. Les simulations considéraient en effet une polarisation verticale (axe y sur la Figure 2-2).

À la Figure 4-6, on compare les résultats pour trois angles de polarisation différents :  $0^\circ$  (polarisation horizontale),  $45^\circ$  et  $90^\circ$  (polarisation verticale). On remarque que les pics ne sont pas présents à toutes les polarisations. Par exemple à 683 nm, il y a un pic profond pour la polarisation  $90^\circ$  qui n'apparaît plus à  $0^\circ$ . Avec une polarisation de  $45^\circ$ , les pics des autres polarisations sont présents mais atténués. En théorie les courbes devraient être les mêmes à  $0^\circ$  et  $90^\circ$ , mais des dériviatives lors de la fabrication peuvent expliquer ces différences. La Figure 4-7 compare une mesure en transmission et une en réflexion prises sur un même cristal photonique. On observe une certaine complémentarité entre les deux spectres, même si celle-ci n'est pas complète. Une partie de l'énergie est probablement absorbée et la position du faisceau peut ne pas coïncider parfaitement entre les deux mesures parce qu'un réalignement du montage doit être fait entre les mesures.

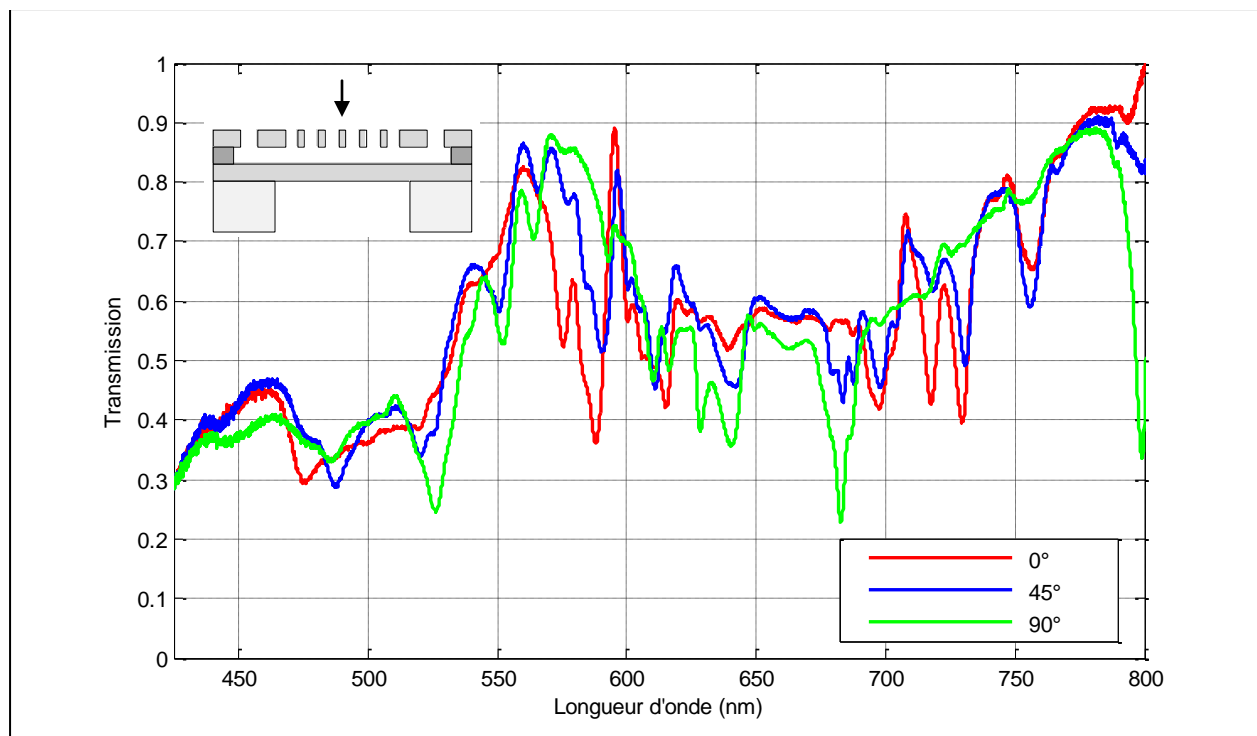


Figure 4-6 Comparaison entre trois polarisations différentes pour une mesure en transmission, CPh du centre échantillon 22-1-b9x4

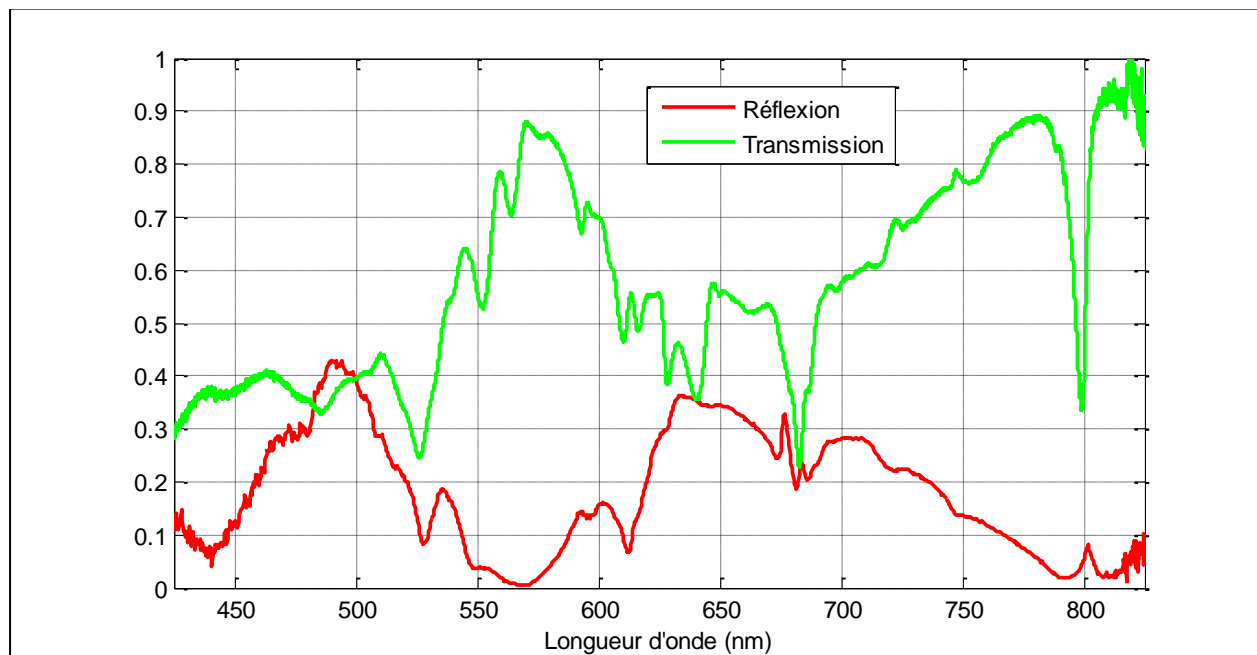


Figure 4-7 Réflexion et transmission avec une polarisation de 90°, CPh du centre échantillon 22-1-b9x4

Lina Shi et Alireza H. Mesgar ont réalisé des simulations par différences finies dans le domaine du temps (FDTD) d'échantillons semblables à ceux fabriqués. La comparaison entre les mesures expérimentales et les simulations n'est pas directe car plusieurs paramètres sont difficiles à contrôler lors de la fabrication, comme le diamètre des trous, la rugosité de surface et l'espacement entre les deux couches de nitrure. Malgré cela, on remarque à la Figure 4-8 certaines ressemblances, si on prend en compte un décalage de 87 nm vers les plus grandes longueurs d'onde des résultats expérimentaux (voir la Figure 4-9). Le Tableau 4.1 compare les positions des pics et des creux et mesure l'erreur considérant un décalage de 87 nm. L'erreur est de moins de 5 % pour chacun des creux et des pics, il est donc raisonnable de penser que les courbes correspondent, même si la corrélation n'est pas parfaite.

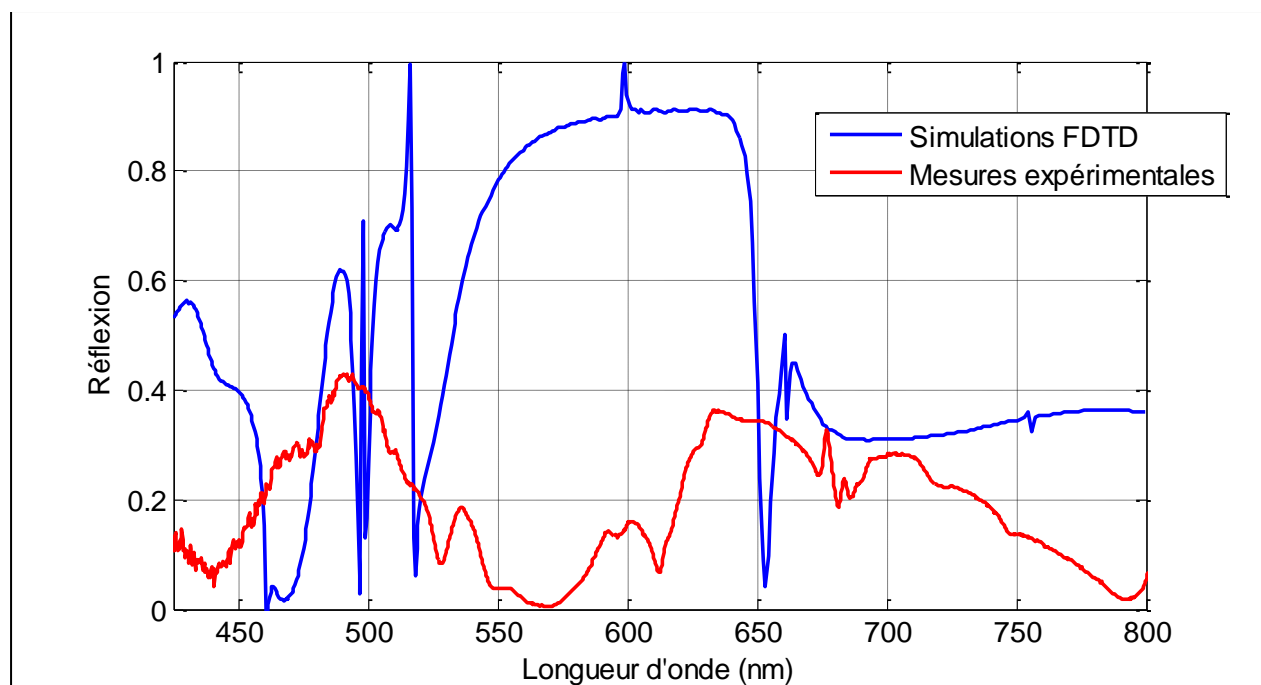


Figure 4-8 Comparaison entre les mesures expérimentales et les simulations FDTD (gracieuseté de Alireza H. Mesgar).

Tableau 4.1: Comparaison des positions des pics et des creux du spectre en réflexion, entre les mesures expérimentales et les simulations

Simulation	Expérimental	Écart	Simulation + 87 nm	Erreur
430 nm	491 nm	61 nm	517 nm	5,0%
470 nm	570 nm	100 nm	557 nm	-2,3%
490 nm	592 nm	102 nm	577 nm	-2,6%
516 nm	602 nm	86 nm	603 nm	0,2%
518 nm	612 nm	94 nm	605 nm	-1,2%
599 nm	676 nm	77 nm	686 nm	1,5%
<b>Écart moyen</b>		87 nm		

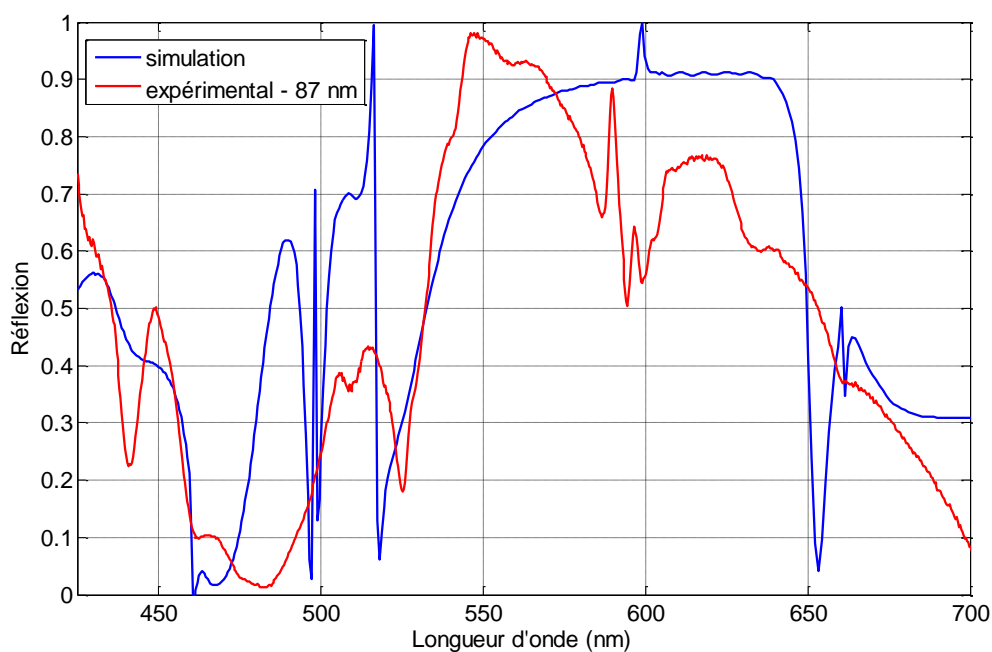


Figure 4-9 Comparaison entre les simulations et les mesures expérimentales en ajoutant un décalage de 87 nm et en normalisant l'intensité.

### 4.2.3 Cristaux photoniques suspendus

Le dernier type de cristaux photoniques à une couche étudié est celui qui est complètement suspendu, c'est-à-dire que le silicium et une des couches de nitrure sont gravés par la face arrière (Figure 4-4 droite).

La Figure 4-10 compare les mesures en transmissions et en réflexion pour un même cristal photonique. Nous remarquons trois régions où l'intensité en réflexion atteint un maximum : près de 525, 650 et 800 nm. Nous nous attendons à ce que deux CPhs comme ceux-ci arrangés en cavité Fabry-Pérot possèdent des résonances à ces longueurs d'onde. La Figure 4-5 et la Figure 4-7 exhibent aussi ces pics en réflexion : elles représentent des structures formées d'une couche de CPh et d'une couche de nitrure, qui sont semblables à des cavités Fabry-Pérot.

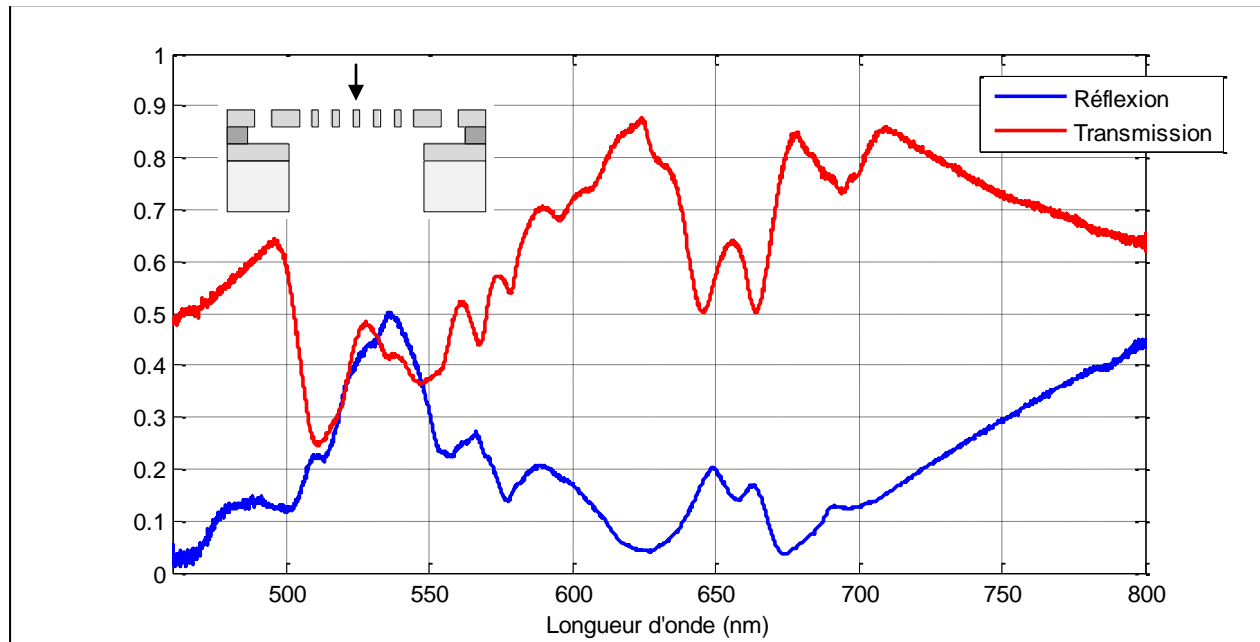


Figure 4-10 Spectre en transmission et en réflexion d'un cristal photonique suspendu, CPh de gauche échantillon 22-1-b9x2, polarisation  $0^\circ$ .

#### 4.2.4 Mesure en angle

Faire varier l'angle d'incidence permet de tracer la structure de bande d'un cristal photonique, car les pics en réflexion correspondent aux modes de résonances guidées. L'angle d'incidence  $\theta$  est défini sur la figure suivante ; il varie de  $0^\circ$  à  $15^\circ$ . La composante parallèle au plan du vecteur d'onde part du point  $\Gamma$  du réseau réciproque et va vers X (Figure 2-2). De telles mesures ont été faites pour les trois types de CPhs (Figure 4-12, Figure 4-13 et Figure 4-14 respectivement).

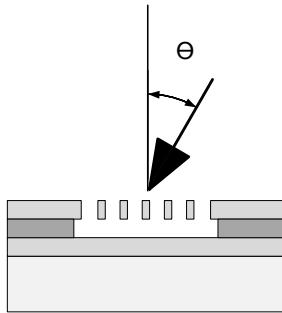


Figure 4-11 Définition de l'angle  $\theta$

Des lignes se démarquent à la Figure 4-12 : par exemple, on peut en observer une qui commence à 620 nm et dont la longueur d'onde diminue avec l'angle. Deux autres lignes situées entre 500 et 550 nm se rapprochent vers  $3^\circ$  et s'éloignent à nouveau par la suite. Toutes ces lignes correspondent aux modes du cristal photonique.

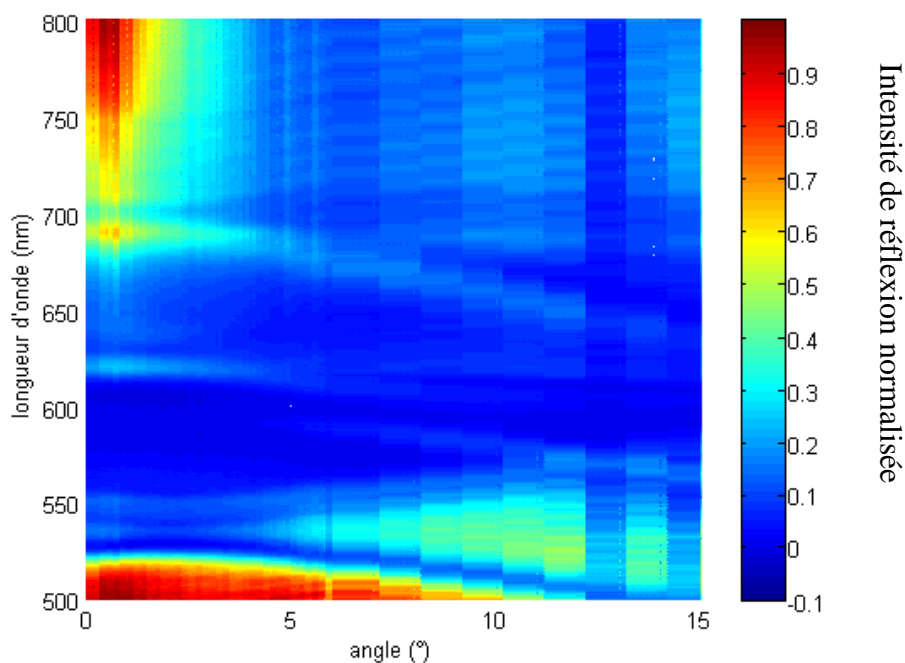


Figure 4-12 Mesure expérimentale de la structure de bande d'un cristal photonique à une couche avec substrat de silicium (sans mems) mesuré en réflexion.

Sur la Figure 4-13, la résolution est un peu moins bonne, mais on parvient aussi à discerner de telles lignes. On observe pour une longueur d'onde de 650 nm un pic d'intensité à incidence normale, qui se sépare en deux quand l'angle augmente : il s'agit d'une levée de dégénérescence.

Pour le cristal photonique complètement suspendu, la structure de bande est présentée à partir des mesures en transmission (Figure 4-14). Les modes correspondent donc aux intensités faibles, contrairement aux figures précédentes : par exemple vers 700 nm entre 10° et 20° ou entre 500 et 550 nm.

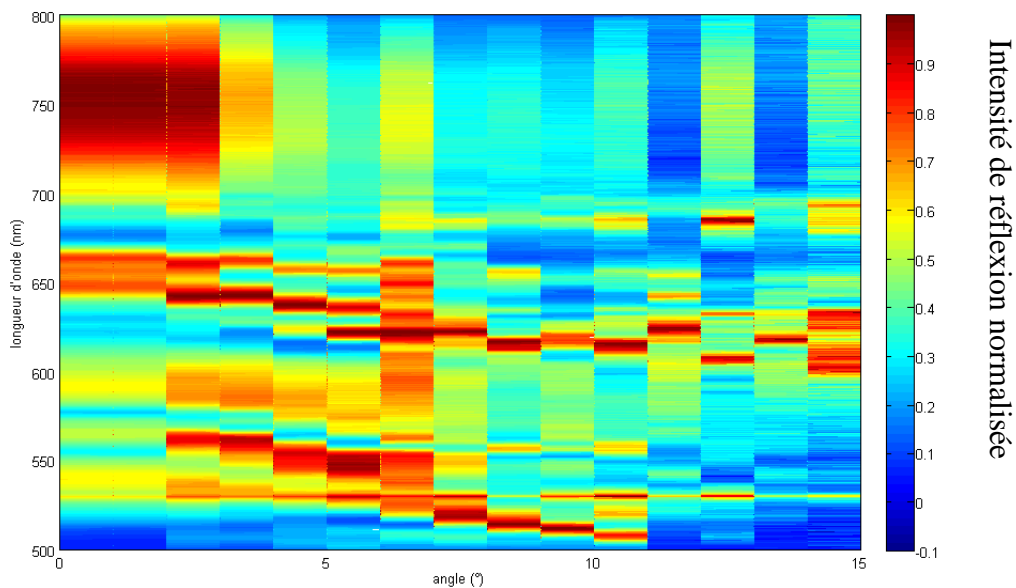


Figure 4-13 Mesures en angle en réflexion pour cristal photonique suspendu avec polarisation horizontale

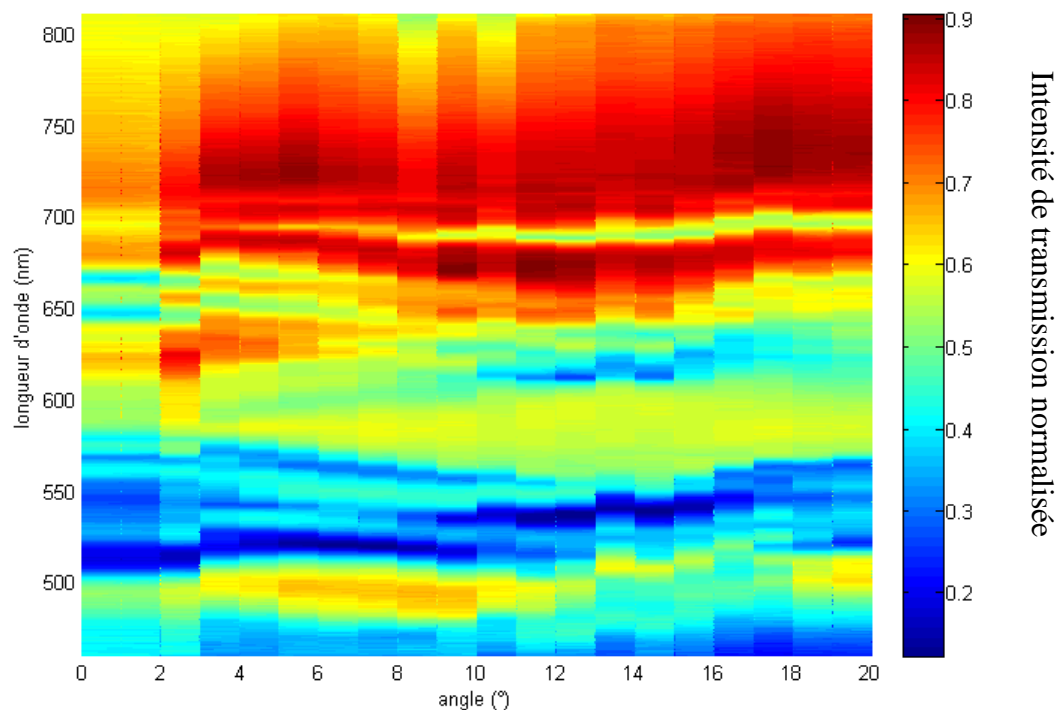


Figure 4-14 Mesures en angle en transmission pour un cristal photonique suspendu avec polarisation horizontale.

### 4.3 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons vu comment obtenir des spectres en réflexion et en transmission de cristaux photoniques à incidence normale, en utilisant une source à supercontinuum et un spectromètre. Les cristaux photoniques étudiés présentent diverses caractéristiques comme des pics de résonance guidée qui montrent une certaine correspondance avec les simulations FDTD. Des mesures en angle nous ont permis d'étudier la structure de bande des cristaux photoniques et de valider l'hypothèse des modes de résonances guidées. Toutes ces mesures montrent des cristaux photoniques ayant des résonances guidées larges qui permettront d'accorder la résonance d'un système à double couche de cristaux photoniques sur une large plage spectrale. Les travaux poursuivis par Alireza permettront de caractériser des cristaux photoniques à double couche et de tester l'hypothèse d'accordabilité.



## CHAPITRE 5 EXALTATION DE FLUORESCENCE

Les points quantiques sont des nanoparticules qui absorbent la lumière et émettent de la fluorescence. Couplés à des cristaux photoniques, leur fluorescence est exaltée, ou *enhanced* en anglais, selon certaines conditions. Dans un premier temps, ce chapitre décrit ce que sont les points quantiques et explique l'exaltation de fluorescence par les cristaux photoniques. À la deuxième section, nous voyons la méthode expérimentale suivie et les résultats obtenus.

### 5.1 Les points quantiques et l'exaltation de fluorescence

Les points quantiques (QDs), ou nanocristaux, sont composés de quelques centaines ou milliers d'atomes inorganiques regroupés dans un cœur et parfois entourés d'une coquille organique (*core/shell nanocrystals*) (Reiss, Protière, & Li, 2009). Leur très petite taille, environ 10 nm, engendre un effet de confinement quantique, qui quantifie les niveaux d'énergie. De ce fait, plusieurs propriétés optiques, telles que les longueurs d'onde d'absorption et d'émission, dépendent de la taille du nanocristal. La coquille externe permet, entre autres, d'améliorer le rendement de la fluorescence. Le type le plus fréquent de point quantiques cœur/coquille est le CdSe/ZnS. Mais dans le cadre de ce projet nous utilisons des points quantiques InP/ZnS à cause de leur longueur d'onde d'émission. Celle-ci correspond à la résonance guidée des cristaux photoniques, soit près de 550 nm pour les cristaux photoniques suspendus (voir Figure 4-10). Les deux figures suivantes montrent les courbes d'absorption et d'émission de ces points quantiques. Elles ont été fournies par les étudiants du groupe de Jay Nadeau qui nous ont donné différents types de points quantiques. Ceux-ci sont en suspension dans du toluène afin de les conserver plus longtemps.

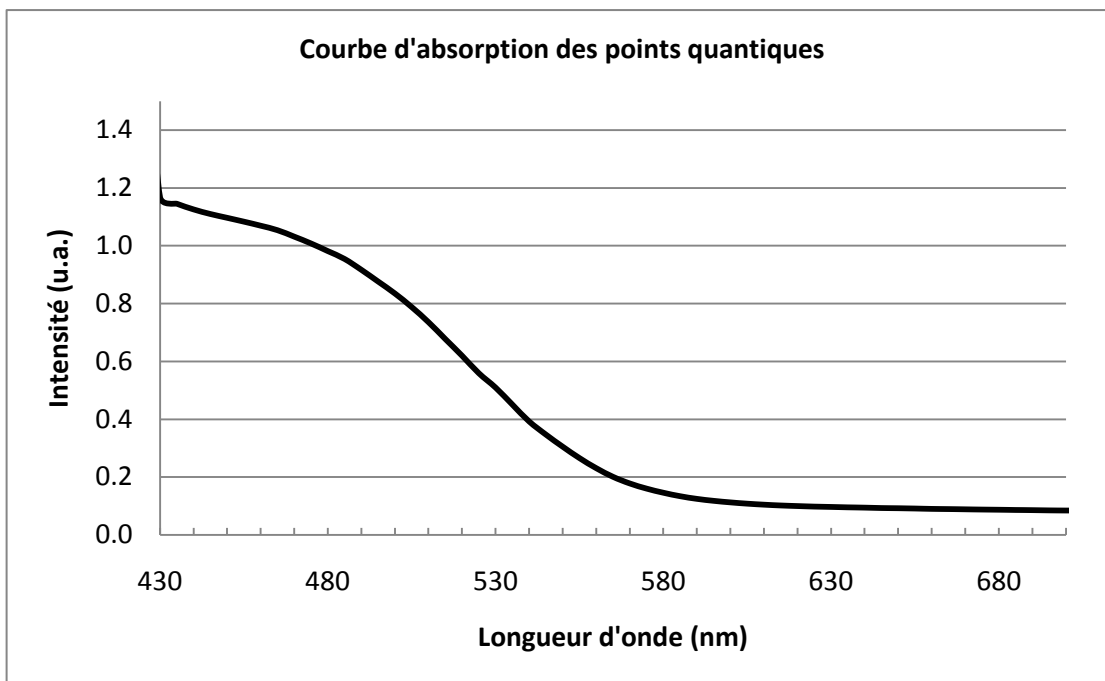


Figure 5-1 Absorption des points quantiques InP/ZnS en fonction de la longueur d'onde

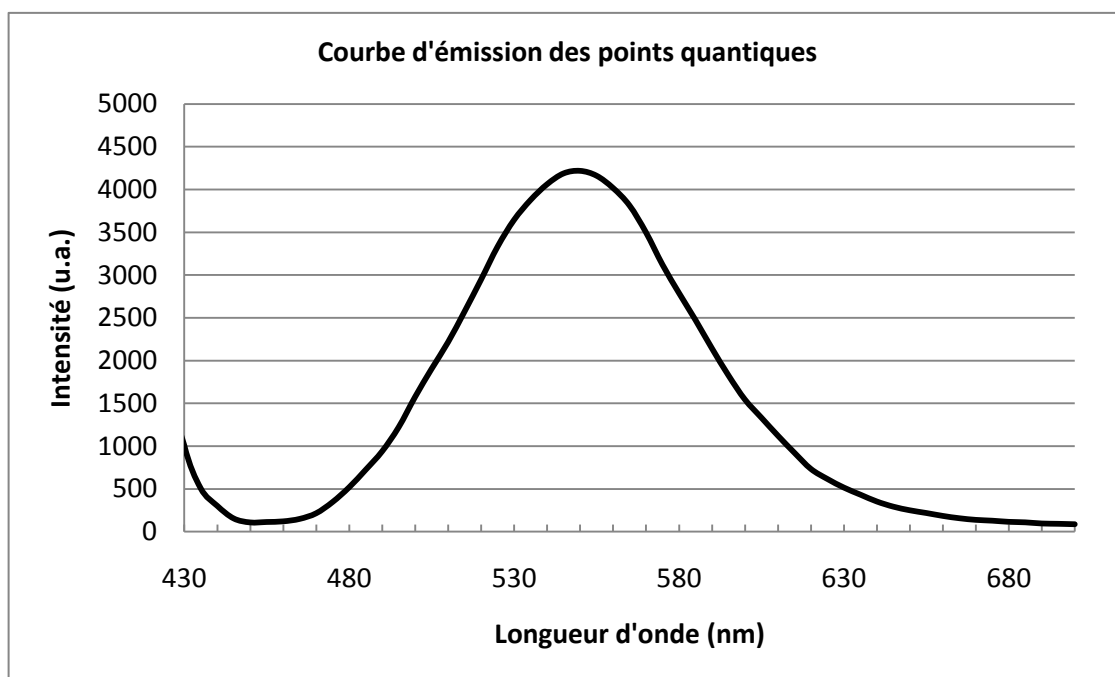


Figure 5-2 Émission des points quantiques InP/ZnS en fonction de la longueur d'onde

L'exaltation de fluorescence est décrite, à la section 1.4, comme une augmentation de la fluorescence due à deux phénomènes. Le premier est la présence d'un champ électrique plus élevé à la surface des cristaux photoniques qui augmente l'excitation du point quantique. Le deuxième est l'augmentation de la fluorescence détectée grâce à la nature périodique du cristal photonique qui permet de transformer l'émission isotrope de la fluorescence des points quantiques en une émission plus directionnelle. Étant donné que nous avons choisi un point quantique dont la longueur d'onde d'émission correspond à une résonance guidée, c'est le deuxième phénomène qui a le plus d'effet.

## **5.2 Expérimentation**

Cette section décrit la méthode expérimentale utilisée pour mesurer la fluorescence, les résultats obtenus ainsi qu'une interprétation de ces résultats.

### **5.2.1 Dépôt des points quantiques**

L'avantage des cristaux photoniques par rapport à d'autres cavités résonnantes est qu'une partie de l'énergie se retrouve à la surface extérieure des CPhs (Shi, Pottier, Skorobogatiy, & Peter, 2009). Il est donc possible de déposer directement les points quantiques sur les cristaux photoniques. Plusieurs méthodes ont été envisagées pour effectuer ce dépôt. L'objectif est d'avoir la meilleure uniformité possible afin de pouvoir comparer la fluorescence sur et à côté des CPhs. D'autre part, il est souhaitable que le dépôt soit réversible et sélectif. Les principaux problèmes sont dus au fait que les QDs sont en suspension dans un liquide : une simple goutte de celui-ci peut coller entre elles les deux couches de cristaux photoniques, à cause de la tension de surface.

Les paragraphes suivants comparent les trois méthodes étudiées : la fonctionnalisation, le dépôt direct et le dépôt sur une lamelle de verre.

Benyounes Bouabdallaoui a travaillé sur une méthode visant à déposer des points quantiques de façon sélective sur une couche d'oxyde de silicium. La première étape est le dépôt d'amino-silane qui s'accroche de façon sélective à l'oxyde par rapport au silicium. Ensuite, on ajoute de la biotine qui s'attache au silane, puis les points quantiques sont fonctionnalisés à de la streptavidine qui s'attache à la biotine. Cette méthode a l'avantage d'être réversible, mais ne peut

être appliquée dans notre cas, étant donné que la couche d'oxyde de silicium n'était pas prévue dans le premier dispositif.

La deuxième méthode envisagée est un dépôt d'une goutte contenant les points quantiques sur une lamelle de verre pour microscope. Le solvant sèche, puis la lamelle est retournée sur l'échantillon. Avec cette méthode, il est possible de déplacer la lamelle afin de comparer l'intensité de fluorescence entre sur et à côté des CPhs. Par ailleurs, il n'y pas de problème de collage vu que la goutte est sèche. En revanche, il est très difficile en pratique de positionner la lamelle au bon endroit sans endommager l'échantillon.

Finalement, la troisième méthode, que nous avons retenue, est le dépôt direct d'une goutte de 0,5  $\mu\text{L}$  avec une micropipette. L'avantage est que les points quantiques sont à proximité immédiate du CPh, voire même à l'intérieur des trous. Cependant, à cause des problèmes de collage, cette méthode est seulement réservée aux CPhs à une couche complètement suspendus. De plus, si la concentration de la goutte n'est pas parfaitement uniforme, il est difficile d'établir une comparaison valable.

### 5.2.2 Résultats

Les mesures sont prises à l'aide d'un microscope à fluorescence hyperspectral. Il est composé d'une source large bande assortie d'un filtre qui illumine l'échantillon dans une bande de longueur d'onde de 436 nm à 483 nm et détecte les émissions ayant une longueur d'onde plus grande que 500 nm. Un spectromètre intégré donne l'intensité de la fluorescence en fonction de la longueur d'onde. Une plateforme motorisée permet de relever ces spectres sur un échantillon complet. L'image obtenue peut être soit affichée en fonction de l'intensité de fluorescence (Figure 5-3), soit colorée en fonction de la longueur d'onde (Figure 5-4). Les spectres de référence utilisés pour colorer l'image en fluorescence sont affichés à droite de l'image. Chaque pixel ayant un spectre correspondant au moins à 90% du spectre de référence est coloré avec la couleur du spectre de référence.

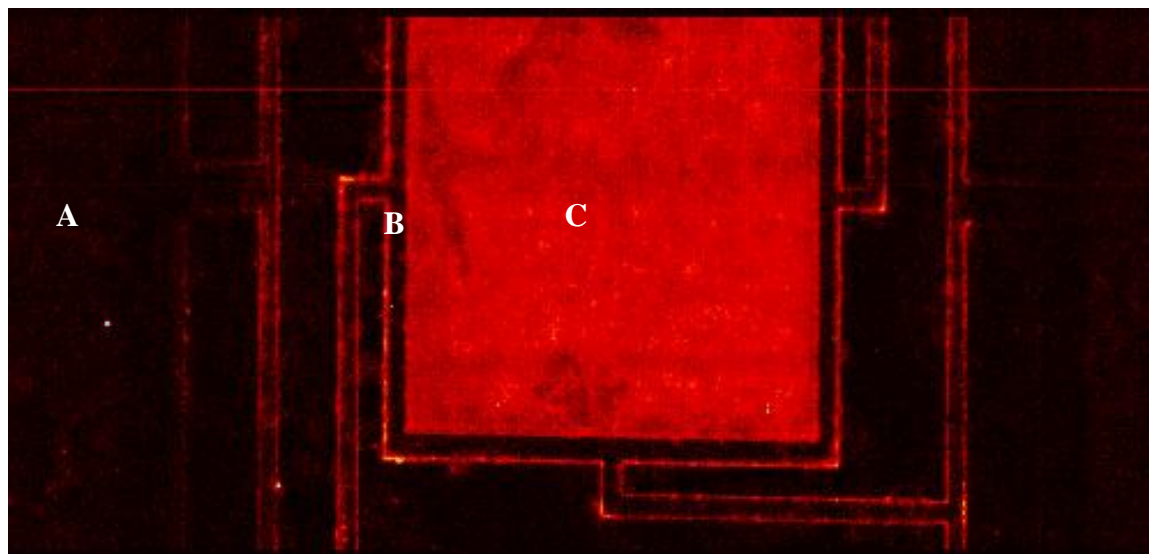


Figure 5-3 Image prise avec un microscope à fluorescence hyperspectral. Échelle de noir à rouge : intensité de la fluorescence

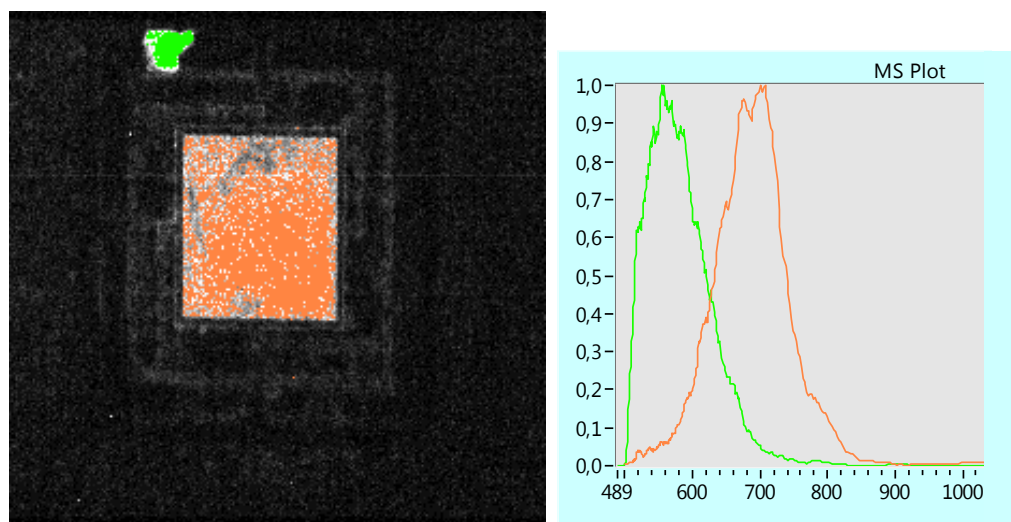


Figure 5-4 Gauche : image en fluorescence. Échelle de noir et blanc : intensité de fluorescence. En orange : pixels correspondant à 90 % à la courbe centrée à 700 nm. En vert : pixels correspondant à 90% à la courbe centrée à 550 nm (agglomérat de points quantiques). Droite : spectres utilisés pour colorer les images.

L'image en intensité montre qu'il y a une forte différence d'intensité de fluorescence entre sur le CPh (carré rouge du centre) et les bords. En fait, l'intensité est 27 fois plus élevée sur le CPh (C) que sur les bords (B) et 35 fois plus élevée qu'à l'extérieur (A). Cependant la Figure 5-4 montre que la longueur d'onde de la fluorescence sur le cristal photonique (et à côté) ne correspond pas à la longueur d'onde d'émission des points quantiques, contrairement à la tache verte qui est un agglomérat de points quantiques. En fait, au début de la mesure, la fluorescence était verte (centrée à 550 nm, comme les points quantiques), mais aucune exaltation n'était mesurable. Après quelques heures sous le microscope, la fluorescence était orange (centrée à 700 nm) et une exaltation était mesurable. Ce phénomène reste encore à expliquer, mais pourrait provenir d'un effet d'agrégation des points quantiques.

### **5.3 Conclusion**

Nous avons vu comment agissent les points quantiques en présence d'un cristal photonique et quels sont les moyens utilisés pour mesurer l'exaltation de fluorescence. Cependant, cette exaltation est visible à une longueur d'onde autre que celle prévue, qui ne correspond ni à celle d'émission des points quantiques ni à une résonance guidée du cristal photonique. D'autres mesures avec d'autres points quantiques et d'autres cristaux photoniques seront nécessaires afin de mieux comprendre ce résultat.

## CONCLUSION

L'objectif de ce projet de maîtrise était de fabriquer et de caractériser des cristaux photoniques pour exaltation de fluorescence. Mes contributions à ce projet ont été de graver des cristaux photoniques à deux dimensions, à une et deux couches, par gravure ionique réactive (RIE), en utilisant une résine épaisse pour lithographie par faisceau électronique et de caractériser des cristaux photoniques à une couche sur un montage optique composé d'une source à supercontinuum et d'un spectromètre à caméra CCD. Les résonances guidées sont visibles dans les spectres en réflexion et en transmission à différentes longueurs d'onde, entre 500 et 800 nm. J'ai aussi réalisé une étude préliminaire de l'exaltation de fluorescence pour laquelle une microgoutte de points quantiques a été déposée directement sur un cristal photonique suspendu a permis de faire une première mesure de fluorescence. La fluorescence observée sur les cristaux photoniques est environ 30 fois plus élevée qu'à côté des cristaux photoniques, mais ce phénomène s'observe à une longueur d'onde près de 100 nm de plus élevée que la longueur d'onde normale d'émission des points quantiques. Ce phénomène n'a pas été décrit dans les autres publications portant sur l'exaltation de fluorescence par des cristaux photoniques.

En plus de répéter les mesures de fluorescence sur des cristaux photoniques, la suite du projet consistera à faire les mesures optiques pour des cristaux photoniques à double couche. Ils pourront aussi être raccordés au circuit imprimé afin d'accorder la longueur d'onde de la résonance guidée en changeant l'espacement entre les deux couches de cristaux photoniques. Finalement, différentes sortes de points quantiques correspondant aux différentes résonances guidées pourront être déposées pour mesurer l'efficacité du multiplexage en longueur d'onde.

## BIBLIOGRAPHIE

- Bousquet, P. (1969). *Spectroscopie instrumentale*. Paris: Dunod.
- Boutami, S., Bakir, B. B., Leclercq, J.-L., Letartre, X., Seassal, C., Rojo-Romeo, P., et al. (2007). Photonic Crystal-Based MOEMS Devices. *IEEE JOURNAL OF SELECTED TOPICS IN QUANTUM ELECTRONICS* , 13 (2), 244-252.
- Buswell, S. C., Wright, V. A., Buriak, J. M., Van, V., & Evoy, S. (2008). Specific detection of proteins using photonic crystal waveguides. *Optics Express* , 16 (20), 15949-15957.
- Crozier, K., Lousse, V., Kilic, O., Kim, S., Fan, S., & Solgaard, O. (2006). Air-bridged photonic crystal slabs at visible and near-infrared wavelengths. *Physical Review B* (73) , 115126-1 - 115126-14.
- Estrada, L. C., Martinez, O. E., Brunstein, M., Bouchoule, S., Le-Gratiet, L., Talneau, A., et al. (2010). Small volume excitation and enhancement of dye fluorescence on a 2D photonic crystal surface. *Optics Express* , 18 (4), 3693-3699.
- Fan, S., & Joannopoulos, J. (2002). Analysis of guided resonances in photonic crystal slabs. *Physical Review B* (65) , 235112.
- Ganesh, N., Zhang, W., Mathias, P. C., Chow, E., Soares, J. A., Malyarchuk, V., et al. (2007). Enhanced fluorescence emission from quantum dots on a photonic crystal surface. *Nature Nanotechnology* , 2, 515-520.
- Huang, M., Yanik, A. A., Chang, T.-Y., & Altug, H. (2009). Sub-wavelength nanofluidics in photonic crystal sensors. *Optics Express* , 17 (26), 24224-24233.
- Joannopoulos, J. D., Johnson, S. G., Winn, J. N., & Meade, R. D. (2008). *Photonic Crystals : Molding the Flow of Light*. Princeton: Princeton University Press.
- Jung, I. W., Mallick, S. B., & Solgaard, O. (2009). A Large-Area High-Reflectivity Broadband Monolithic Single-Crystal-Silicon Photonic Crystal Mirror MEMS Scanner With Low Dependence on Incident Angle and Polarization. *IEEE JOURNAL OF SELECTED TOPICS IN QUANTUM ELECTRONICS* , 15 (5), 1447-1454.
- Kanamori, Y., Kitani, T., & Hane, K. (2007). Control of guided resonance in a photonic crystal slab using microelectromechanical actuators. *Applied Physics Letters* .



- Lee, M., & Fauchet, P. M. (2007). Two-dimensional silicon photonic crystal based biosensing platform for protein detection. *Optics Express* , 15 (8), 4530-4535.
- Madou, M. (2002). *Fundamentals of microfabrication : the science of miniaturization*.
- Mathias, P. C., Ganesh, N., & Cunningham, B. T. (2008). Application of Photonic Crystal Enhanced Fluorescence to a Cytokine Immunoassay. *Analytical Chemistry* , 80 (23), 9013-9020.
- Nazirizadeh, Y., Uwe Bog, S. S., Mappes, T., Lemmer, U., & Gerken, M. (2010). Low-cost label-free biosensors using photonic crystals embedded between crossed polarizers. *Optics Express* , 18 (18), 19120-19128.
- Nikhil Ganesh, W. Z. (2007). Enhanced fluorescence emission from quantum dots on a photonic crystal surface. *Nature Nanotechnology* , 2, 515-520.
- NKT Photonics. (2009, 08). *Application\_note\_-Supercontinuum-SC-5.0-1040.pdf*. Consulté le 07 20, 2010, sur NKT Photonics | Photonic Crystal Fibers, SuperK Supercontinuum Lasers, Koheras Fiber Lasers: [http://www.nktphotonics.com/files/files/Application\\_note\\_-\\_Supercontinuum%20-%20SC-5.0-1040.pdf](http://www.nktphotonics.com/files/files/Application_note_-_Supercontinuum%20-%20SC-5.0-1040.pdf)
- Park, W., & Lee, J.-B. (2009). Mechanically tunable photonic crystals. *Optics and Photonic News* , 20 (1), 40-45.
- Rayleigh, L. (1887). On the Maintenance of Vibrations by Forces of Double Frequency, and on the Propagation of Waves through a Medium endowed with a Periodic Structure. *Philosophical Magazine* , 24 (147), 145-159.
- Reiss, P., Protière, M., & Li, L. (2009). Core/Shell Semiconductor Nanocrystals. *Small* , 5 (2), 154-168.
- Robertson, W., Arjavalingam, G., Meade, R., Brommer, K., Rappe, A., & Joannopoulos, J. (1992). Measurement of Photonic Band Structure in a Two-Dimensional Periodic Dielectric Array. *Physical Review Letters* , 68 (13), 2023-2026.
- Rossnagel, S. M., J., C. J., & Westwood, William Dickson. (1990). *Handbook of plasma processing technology: fundamentals, deposition and surface interactions*.
- Sharee J. McNab, N. M. (2003). Ultra-low loss photonic integrated circuit with. *Optics Express* , 11 (22), 2927-2939.

Shi, L., Pottier, P., Skorobogatiy, M., & Peter, Y.-A. (2009). Tunable structures comprising two photonic crystal slabs - optical study in view of multi-analyte enhanced detection. *Optics Express* (17), 10623-10631.

Stomeo, T., Grande, M., Rainò, G., Passaseo, A., D'Orazio, A., Cingolan, R., et al. (2010). Optical filter based on two coupled PhC GaAs-membranes. *Optics Letters*, 35 (3), 411-413.

Suh, W., Yanik, M., Solgaard, O., & Fan, S. (2003). Displacement-sensitive photonic crystal structures based on guided resonance in photonic crystal slabs. *Applied Physics Letters*, 82 (13), 1999-2001.

Yablonovitch, E. (1987). Inhibited Spontaneous Emission in Solid-State Physics and Electronics. *Physical Review Letters*, 58 (20), 2059-2062.

Yablonovitch, E., T.J. Gmitter, T., & Leung, K. (1991). Photonic Band Structure : The Face-Centered-Cubic Case Employing Nonspherical Atoms. *Physical Review Letters*, 67 (17), 2295-2298.

## ANNEXE 1 – RIE

### Paramètres

procédé	lieu	étape	temps	pression	puissance	champ	gaz	flux
			s	mTorr	W	Gauss		sccm
CHF3/O2	Poly	1	-	100	150	NA	CHF3/O2	22,5/2,5
«Annabelle»	McGill	1	15	30	0	0	CHF3/Ar/CF4	30/70/7
		2	-	30	250	70	CHF3/Ar/CF4	30/70/7
		3	15	ouvert	20	0	Ar	70
«Annabelle2»	McGill	1	15	30	0	0	CHF3/Ar/CF4	30/70/7
		2	-	30	250	70	CHF3/Ar/CF4	30/70/7
		3	15	100	0	0	CHF3/Ar/CF4	45/70/7
		4	-	100	720	70	CHF3/Ar/CF4	45/70/7
		5	15	30	0	0	CHF3/Ar/CF4	30/70/7
		6	-	30	250	70	CHF3/Ar/CF4	30/70/7
		7	15	open	20	0	Ar	70
«Cr etch Annabell»		1	15	75	0	0	Cl2/O2/He	40/10/23
	McGill	2	-	75	100	15	Cl2/O2/He	40/10/23
		3	15	open	50	0	O2/He	10/23
«Annabelle3»	McGill	1	15	100	0	0	CHF3/O2	90/10
		2	-	100	150	15	CHF3/O2	90/10
		3	15	open	25	0	O2	10

### Taux de gravure moyens (nm/min)

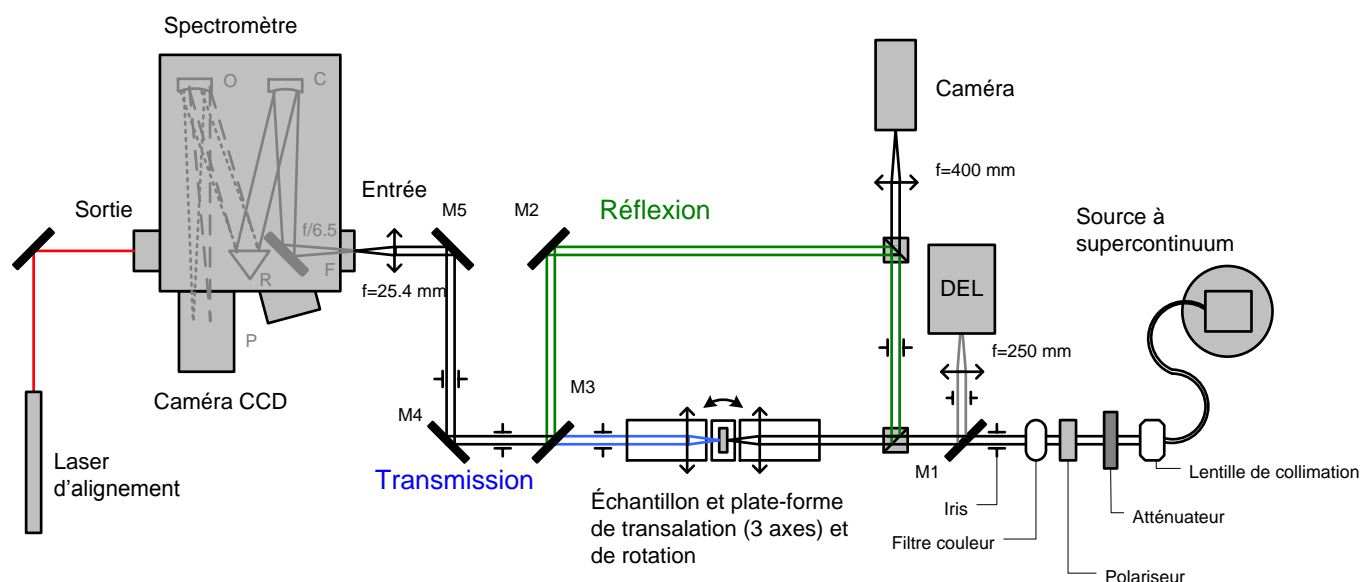
procédé	étape	SiN	SiO2	ZEP	PMMA	Cr	Si
CHF3/O2	1	34	50	29	29		
«Annabelle»	2	60	30	35			
«Annabelle2»	2	60	30	35			
	4		200	60			
	6	50		35			
«Cr etch Annabell»	2			25		9	
«Annabelle3»	2	60	44	25		0,75	25

## ANNEXE 2 – Procédures

### PROCÉDURE D'ALIGNEMENT DU MONTAGE OPTIQUE POUR LA CARACTÉRISATION DES CRISTAUX PHOTONIQUES

Lors de l'alignement, on doit utiliser la source à supercontinuum. Il faut donc installer l'affiche avertissant de la présence d'un laser et porter des lunettes (LG9 de Thorlabs).

#### Schéma du montage



#### 1. Alignement de la source à supercontinuum

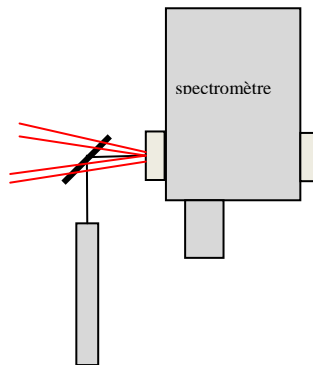
- Collimer le faisceau : déplacer la lentille de collimation jusqu'à ce que le faisceau ne change pas de taille entre les 2 bouts de la table optique
- Ajuster la hauteur : elle doit correspondre au centre de l'échantillon des objectifs de microscope
- Ajuster l'angle dans le plan xy : // au plan de la table (à l'aide des iris et de la croix d'alignement)
- Ajuster l'angle dans le plan xz : vis-à-vis les trous de la table optique
- Placer des iris, qui serviront ensuite de références

## 2. Atténuateurs et filtres de couleurs

- Placer les atténuateurs et le filtre de couleur perpendiculairement à l'axe optique, pour minimiser les autres réflexions

## 3. Définition de l'axe optique du spectromètre

- Faire entrer un faisceau laser par la deuxième sortie du spectromètre, s'assurer que le faisceau est bien parallèle au plan de la table (à l'aide de deux iris de même hauteur) et qu'il est bien centré sur la fente (on voit des réflexions comme sur la figure ci-dessous)



- Mettre un iris à l'entrée du spectromètre (il devrait être à la même hauteur que les 2 précédents), s'assurer que le faisceau le traverse. Pour faciliter cette étape, on peut commencer avec des fentes de 1 mm, puis diminuer graduellement à 10  $\mu\text{m}$ .  
Il semble que l'axe optique du spectromètre n'est pas horizontal. Le faisceau d'alignement sort en angle (à l'entrée du spectromètre). J'ai fait l'alignement avec cet angle-là.
- Faire passer de la lumière par l'iris à l'entrée du spectromètre et imager (le spectromètre doit être réglé à 0 nm)
- S'assurer que le point imagé est au centre, sinon recommencer les trois étapes précédentes

## 4. Changement de hauteur de l'axe optique (M4 et M5)

- Toujours à l'aide du faisceau arrivant de la sortie du spectromètre, aligner le miroir M5 afin que le faisceau d'alignement rejoigne le faisceau de la source à supercontinuum.

- Placer M4 de façon à ce que le faisceau incident de la source à supercontinuum rejoigne le faisceau rouge
- S'assurer que les faisceaux passent par le centre des miroirs
- Répéter les étapes précédentes.

## 5. Alignement de M3

- Ajouter le miroir M3 en s'alignant à l'aide du faisceau provenant de la sortie du spectromètre. Le faisceau réfléchi doit être selon la ligne de trous de la table optique
- S'assurer qu'il ne bloque pas le faisceau transmis lorsqu'il est abaissé

## 6. Lentille à l'entrée du spectromètre

- Placer la lentille à la sortie du spectromètre : elle ne doit pas changer l'angle et la position du faisceau provenant de la sortie. Respecter la longueur focale par rapport à la fente d'entrée. L'ouverture numérique du spectromètre est  $f\# 6,5$ . Le faisceau ayant un diamètre d'environ 2 mm, la focale de la lentille doit être plus grande que 13 mm. Avec une lentille avec 25,4 mm de longueur focale, la largeur du faisceau gaussien est d'environ 8  $\mu\text{m}$ . Une fente de 10  $\mu\text{m}$  est donc peut-être trop petite. Il faudrait au moins une fente de 20  $\mu\text{m}$ . La fente doit être gardée constante durant toute la durée des mesures. La plupart des mesures ont été prises avec une largeur de 50  $\mu\text{m}$ .
- Ajuster la mise au point pour obtenir une intensité maximale sur la caméra.

## 7. Séparateurs de faisceau

- Les deux séparateurs de faisceaux doivent être placés selon le schéma ci-haut.
- S'assurer qu'ils sont centrés sur leur support (en réflexion directe, on réussit à aligner le faisceau réfléchi selon la ligne des trous)
- S'assurer que le faisceau n'est pas déplacé en transmission
- Aligner le faisceau pour la réflexion et le faisceau provenant de la sortie du spectromètre, et en mettant un miroir à la place de l'échantillon (le miroir doit être très bien aligné)
- Placer des iris quand c'est ok

## 8. Alignement en réflexion (M1 et M2)

- Placer le miroir M1 : le faisceau incident doit arriver au centre. Le faisceau réfléchi doit être // au plan de la table et selon la ligne de trous.
- Placer M2 de la même façon
- S'assurer que M3 était bien aligné

## 9. Imagerie (del blanche, M6, lentille et caméra)

- Placer la lumière à del blanche, le gros iris et une lentille
- Placer la lentille et aligner la caméra

## 10. Lentilles de microscope

- Ajouter les supports à lentille, s'assurer que le faisceau passe bien par le centre
- Ajouter la première lentille
- Installer le miroir de référence sur le support à échantillon
- Faire la mise au point en déplaçant la lentille
- Placer la lentille et aligner la caméra

## 11. Ajustement de la lentille devant la caméra

- La lentille de microscope est au focus sur le miroir de référence lorsqu'il y a le maximum d'intensité sur le spectre.
- Déplacer la lentille de la caméra jusqu'à ce que l'image soit claire sur l'écran de télévision. De cette façon, on saura que si l'image est claire, c'est que l'échantillon est au focus.

## 12. Vérifications

- Vérifier que l'alignement de la source n'est pas changé avant chaque mesure, à l'aide d'un iris positionné à cet effet après les objectifs de microscopes. Vérifier aussi que les faisceaux blanc et rouge se juxtaposent d'un bout à l'autre du montage.
- Quand M1 et M3 sont abaissés puis relevés, le faisceau peut avoir été dévié
- Le faisceau de chemin en transmission et en réflexion devrait arriver au même endroit sur M4.
- Vérifier que la forme du spectre avec la référence est acceptable. Si il y a des petites bosses c'est qu'il y a une interférence. Vérifier l'angle du miroir de référence et faire un alignement plus fin de toutes les pièces.
- Toujours faire l'alignement avec 3Dgraph comme layout et un range réduit

## PROCÉDURES POUR PRENDRE DES SPECTRES EN RÉFLEXION ET EN TRANSMISSION D'UN CRISTAL PHOTONIQUE

### 1. Alignement du montage

- a. Aligner le montage selon le document *Procédure d'alignement du montage optique pour la caractérisation des cristaux photoniques*

### 2. Démarrage

- a. Placer le panneau « Danger laser » sur la porte et mettre les lunettes de protection
- b. Allumer dans l'ordre :
  - i. l'ordinateur
  - ii. le spectromètre et la caméra du CCD
  - iii. Winspec, sélectionner 150 l/mm et 625 nm, mode use full chip
  - iv. la DEL blanche (intensité minimale)
  - v. le source à supercontinuum (tourner la clé, puis lorsque la lumière ne clignote plus appuyer sur le bouton)
- c. Éteindre les lumières
- d. Dans Winspec → experiment set-up, vérifier la durée d'exposition (75 ms), et créer un fichier portant la date et le nom de l'échantillon.

### 3. Échantillon

- a. Placer le miroir de référence sur le porte-échantillon, il doit être bien perpendiculaire au faisceau
- b. Placer l'échantillon le plus droit possible (les cristaux photoniques ne doivent pas être tournés)

### 4. En réflexion avec le réseau 150 l/mm, mode 3d (full chip)

- a. Relever le miroir M3
- b. Retirer la deuxième lentille de microscope
- c. Placer l'échantillon avec trois vis. Retirer la vis devant le miroir.
- d. Faire la mise au point sur l'échantillon en utilisant l'axe x du positionneur piézoélectrique : l'image doit apparaître claire à l'écran (M1 relevé, DEL allumée)
- e. Positionner l'échantillon perpendiculairement au faisceau :
  - i. Se positionner au centre de l'échantillon avec les 2 positionneurs y



- ii. Faire la mise au point
- iii. Se déplacer jusqu'à ce que l'image ne soit plus nette
- iv. Tourner l'échantillon jusqu'à ce l'image soit claire
- v. Revenir au centre, et réitérer les 3 étapes précédentes

Note : si ça ne fonctionne pas, c'est que l'échantillon n'était pas bien centré. Le centrer avec les deux axes y du positionneur.

- f. Décaler l'échantillon jusqu'à ce que le bord du miroir de référence soit visible, refaire la mise au point
- g. Se mettre en mode focus dans Winspec, et choisir l'atténuation telle que le spectre ne soit pas saturé (près de 60 000)
- h. Prendre 3 spectres du miroir à des endroits différents, en s'assurant entre chacun d'avoir le maximum de signal (vérifier l'alignement). Nommer les 3 spectres : *Rmiroir1*, *Rmiroir2*, *Rmiroir3*
- i. Se déplacer sur le côté de l'échantillon
- j. Refaire la mise au point
- k. Prendre un spectre au centre de chacun des cristaux photoniques. Nommer les spectres : *Rcph1*, *Rcph2*, ..., *Rcph10*
- l. Au besoin, prendre d'autres spectres sur le même échantillon
- m. Éteindre le laser (mode stand-by)
- n. Faire trois spectres avec le laser éteint, les nommer *Roffset1*, *Roffset2*, *Roffset3*
- o. À l'aide de Winspec, transférer les données .spe en ASCII (tools)
- p. Copier le fichier A12.txt dans le dossier contenant les données
- q. Utiliser les programmes MatLab : *moyenne\_miroir.m*, *moyenne\_offset* et *REFLEXION\_offsetsoustrait\_10echantillons*

## 5. En transmission avec le réseau 150 l/mm, mode 3d (full chip)

- a. Abaisser le miroir M3
- b. Placer l'échantillon sans miroir de référence
- c. Placer la deuxième lentille de microscope
- d. Faire le focus sur l'échantillon en utilisant l'axe x du piézoélectrique : l'image doit apparaître claire à l'écran
- e. Positionner l'échantillon perpendiculairement au faisceau :
  - i. Se positionner au centre de l'échantillon avec les 2 positionneurs y
  - ii. Faire la mise au point
  - iii. Se déplacer jusqu'à ce que l'image ne soit plus nette
  - iv. Tourner l'échantillon jusqu'à ce l'image soit claire
  - v. Revenir au centre, et réitérer les 3 étapes précédentes
- f. Décaler l'échantillon pour laisser passer le faisceau

- g. Se mettre en mode focus dans Winspec, et choisir l'atténuation telle que le spectre ne soit pas saturé (près de 60 000)
- h. Prendre 3 spectres de la source, en s'assurant entre chacun d'avoir le maximum de signal (vérifier l'alignement et le focus). Nommer les 3 spectres : *Tsource1*, *Tsource2*, *Tsource3*
- i. Sans changer l'alignement et l'atténuation, se déplacer sur le côté de l'échantillon
- j. Prendre un spectre au centre de chacun des cristaux photoniques. Nommer les spectres : *Tcph1*, *Tcph2*, ... *Tcph10*
- k. Au besoin, prendre d'autres spectres sur le même échantillon
- l. Éteindre le laser (mode stand-by)
- m. Faire trois spectres avec le laser éteint, les nommer *Toffset1*, *Toffset2*, *Toffset3*
- n. À l'aide de Winspec transférer les données .spe en ASCII (tools)
- o. Utiliser les programmes : *moyenne\_source.m*, *moyenne\_offset.spe* et *TRANSMISSION\_offsetsoustrait*

## 6. Spectres avec le mode step and glue

- a. À utiliser pour avoir un spectre plus large que le spectre instantané, en particulier lorsque le réseau 2400 l/mm est utilisé. Les étapes suivantes sont adaptées pour ce réseau.
- b. Positionner et faire le focus de l'échantillon comme dans les sections 5 et 6
- c. Choisir un cristal photonique en regardant le spectre instantané du réseau 150 l/mm. Choisir les longueurs de débuts et de fin du spectre final (ex. 500 à 750 nm)
- d. Se mettre en layout image. Tracer avec la souris un carré au centre contenant le signal (ex pixel 200 à 800 en horizontal et 125 à 175 en vertical) pour ne éliminer les bords qui moins éclairés. Dans experiment set-up, choisir l'onglet ROI et cliquer sur mouse. On est maintenant en mode 1d.
- e. Dans Winspec, choisir le mode step and glue. Nommer le spectre. Spécifier les longueurs d'ondes de début et de fin. Spécifier l'overlap : pour un meilleur spectre l'overlap doit être à peine plus petit que la largeur du spectre instantané (ex 3 nm, pour une largeur de 3,5 nm). Le nombre de fichiers ne peut être trop grand, il faudra soit rapprocher les longueurs de début et de fin, soit diminuer l'overlap.
- f. Cliquer sur run. Il y a une erreur fréquente dans le logiciel, le premier fichier (1.spe) est souvent mal enregistré. Il peut-être utile de copier un fichier 1.spe dans le répertoire avant le début de la mesure.
- g. Prendre de cette façon les spectres de référence, des échantillons et les offsets.
- h. Faire l'analyse des données de la même façon avec Matlab en prenant soin de remplacer le nombre de données (variable Nbdonnes) qui est disponible dans la fichier d'information du spectre (ex 51100 pour un spectre avec réseau de 2400 l/mm, 500 à 750 nm, 3nm d'overlap)